



Caractérisation mécanique des matériaux élastiques à l'échelle locale par microscopie à pointe vibrante : Approche multimodale et mesure de champs

Thomas Travaillot

► To cite this version:

Thomas Travaillot. Caractérisation mécanique des matériaux élastiques à l'échelle locale par microscopie à pointe vibrante : Approche multimodale et mesure de champs. Génie mécanique [physics.class-ph]. Université de Franche-Comté, 2014. Français. NNT : 2014BESA2011 . tel-01079553

HAL Id: tel-01079553

<https://theses.hal.science/tel-01079553>

Submitted on 3 Nov 2014

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.



SPIM

Thèse de Doctorat



école doctorale **sciences pour l'ingénieur et microtechniques**
UNIVERSITÉ DE FRANCHE-COMTÉ

Caractérisation mécanique des
matériaux élastiques à l'échelle
locale par microscopie acoustique à
pointe vibrante : Approche
multimodale et mesure de champs.

■ Thomas TRAVAILLOT

SPIM

Thèse de Doctorat



école doctorale **sciences pour l'ingénieur et microtechniques**
UNIVERSITÉ DE FRANCHE-COMTÉ

THÈSE présentée par

Thomas TRAVAILLOT

pour obtenir le

Grade de Docteur de
l'Université de Franche-Comté

Spécialité : **Sciences pour l'ingénieur**

Caractérisation mécanique des matériaux élastiques
à l'échelle locale par microscopie acoustique à
pointe vibrante : Approche multimodale et mesure
de champs.

Unité de Recherche :
FEMTO-ST

Soutenue publiquement le 14 mai 2014 devant le Jury composé de :

CHRISTIAN FRETIGNY	Rapporteur	Directeur de Recherche CNRS, ESPCI, Paris
GILLES TESSIER	Rapporteur	Professeur, Université Paris Descartes, Paris
MARC VERDIER	Président	Directeur de Recherche CNRS HDR, SIMAP, Grenoble
JULIEN RETHORE	Examineur	Chargé de Recherche CNRS HDR, LAMCOS, Lyon
PATRICK DELOBELLE	Co-directeur	Ingénieur de Recherche CNRS HDR, FEMTO-ST, Besançon
PASCAL VAIRAC	Co-directeur	Professeur à l'ENSMM, FEMTO-ST, Besançon
FABIEN AMIOT	Encadrant	Chargé de Recherche CNRS, FEMTO-ST, Besançon

REMERCIEMENTS

Je tiens tout d'abord à remercier mes directeurs de thèse Fabien AMIOT, Patrick DELOBELLE et Pascal VAIRAC pour m'avoir confié ces travaux de recherche et fait bénéficier de leurs connaissances et de leurs savoir-faire. L'aide et les conseils qu'ils m'ont apportés tout au long de ma thèse m'ont permis de mener à bien ces travaux.

Je remercie Christian FRETIGNY, directeur de recherche à l'ESPCI, et Gilles TESSIER, professeur à l'Université Paris Descartes, pour avoir acceptés d'être les rapporteurs de cette thèse. Je remercie également les autres membres du jury Julien RETHORE, chargé de recherche au LAMCOS et Marc VERDIER, président du jury, directeur de recherche au SIMAP, pour avoir participé à mon jury de thèse.

Je salue les membres de l'équipe PMMCM et plus généralement toutes les personnes des départements Méc'Appli et MN2S pour leur accueil, leurs contributions à ces travaux et le temps passé ensemble.

Je remercie enfin ma famille pour leur indéfectible soutien tout au long de mon parcours ainsi que la bande de la ZAC et les membres de l'Amicale pour n'avoir eu de cesse d'être présents.

Je vous pris à tous d'agréer mes sincères remerciements distingués (même à ceux que j'ai oublié de citer, en vous présentant toutes mes excuses pour avoir omis de mentionner vos contributions) !

SOMMAIRE

Introduction	11
1 Microscopie à sonde locale multimodale pour la mesure découplée des constantes élastiques	15
1.1 Introduction	15
1.2 Présentation du Scanning Microdeformation Microscope	15
1.2.1 Fabrication du résonateur	16
1.2.2 Dispositif expérimental	19
1.2.2.1 Système de détection 1 : mesure de la déflexion quasi-statique du microlevier	20
1.2.2.2 Système de détection 2 : mesure des vibrations du microlevier	21
1.2.2.2.1 Sensibilité de l'interféromètre hétérodyne	22
1.2.3 Modélisation	23
1.2.3.1 Modélisation du contact	23
1.2.3.2 Modélisation dynamique du SMM	25
1.2.3.2.1 Interaction de contact pointe/échantillon	25
1.2.3.2.2 Interaction bimorphe/microlevier	29
1.2.3.2.3 Modélisation complète du capteur vibrant du SMM	30
1.2.3.3 Résolution du problème	33
1.2.3.3.1 Problème direct	34
1.2.3.3.2 Problème inverse	34
1.2.4 Investigation subsurfacique	34
1.2.5 Identification du module réduit à partir du premier mode	35
1.2.5.1 Théorie	35
1.2.5.2 Exemples	36
1.2.5.3 Sensibilité du premier mode	36
1.2.6 Identification des paramètres élastiques à partir des 2 premiers modes	37
1.2.6.1 Sensibilités des différents modes aux propriétés élastiques	37

1.2.6.2	Méthode de découplage avec 2 modes	38
1.3	Scanning Microdeformation Microscope multimode	41
1.3.1	Justification de l'enrichissement du modèle	41
1.3.1.1	Identification expérimentale des paramètres de modélisation du capteur vibrant à partir de fréquences de résonance « à vide »	41
1.3.1.2	Application au résonateur expérimental	45
1.3.2	Enrichissement du modèle	46
1.3.2.1	Motivations de l'enrichissement du modèle	46
1.3.2.2	Enrichissement de l'interaction de contact pointe/échantillon	48
1.3.2.3	Enrichissement de l'interaction bimorphe/microlevier	49
1.3.2.4	Modélisation enrichie complète du capteur vibrant du SMM	50
1.3.3	Identification expérimentale des paramètres du résonateur à partir des fréquences de résonance « à vide »	53
1.3.3.1	Application au résonateur expérimental	58
1.3.3.1.1	Extraction des fréquences de résonance « à vide »	58
1.3.3.1.2	Identification des paramètres du résonateur expérimental à partir de ses fréquences de résonance « à vide »	60
1.3.4	Identification des constantes élastiques à partir des fréquences de résonance « en contact »	62
1.3.5	Application au SU-8	67
1.3.5.1	Mesure des modes « en contact » sur le SU-8	67
1.3.5.2	Extraction des fréquences de résonance « en contact » sur le SU-8	69
1.3.5.3	Identification des constantes élastiques à partir des fréquences de résonance « en contact » sur le SU-8	70
1.3.5.4	Comparaison des résultats obtenus sur le SU-8	81
1.4	Application au tBA/PEGDMA	84
1.4.1	Mesure des modes en contact sur le tBA/PEGDMA	84
1.4.2	Extraction des fréquences de résonance « en contact » sur le tBA/PEGDMA	85
1.4.3	Identification des constantes élastiques à partir des fréquences de résonance « en contact » sur le tBA/PEGDMA	86
1.4.4	Comparaison des résultats obtenus sur le tBA/PEGDMA	95
1.5	Perspectives	99

1.6 Conclusion	106
2 Imagerie interférométrique pour la mesure du champ de rotation d'une surface	109
2.1 Introduction	109
2.2 Mesure du champ de rotation	110
2.2.1 Dispositif expérimental	110
2.2.2 Figure d'interférence	111
2.2.3 Prisme biréfringent	112
2.2.3.1 Procédé de fabrication	112
2.2.3.2 Indice de réfraction	113
2.2.3.3 Tracé des rayons	114
2.2.3.4 Chemin optique dans le prisme	115
2.2.4 Différence de marche	116
2.2.4.1 Différence de marche due au prisme biréfringent	116
2.2.4.2 Différence de marche due à l'objet	120
2.3 Calibration et exemples	120
2.3.1 Calibration	121
2.3.2 Calibration de la modulation de phase	125
2.3.3 Domaine de la longueur d'onde spatiale d'application du microscope	126
2.3.4 Exemples expérimentaux	127
2.3.4.1 Obtention des cartes de phase	127
2.3.4.2 Exemple 1 : poutre encastree-libre	128
2.3.4.3 Exemple 2 : pointe sur PDMS	132
2.3.4.4 Exemple 3 : pointe sur SU-8	136
2.4 Conclusion	138
Conclusion	139
Annexes	141
A Mise en forme de la condition de résonance	143
A.1 Développement de la condition de résonance	143
A.2 Factorisation de la condition de résonance	146
A.2.1 Condition de résonance « à vide »	146
A.2.2 Condition de résonance « en contact »	147

B	Méthode d'extraction des fréquences de résonance	149
C	Nanoindentation	153
D	Dimensionnement des éprouvettes	157
E	Mesure du gradient d'indice	159
F	Effet de l'ouverture numérique sur les interférogrammes	163
	Bibliographie	167
	Table des figures	171
	Liste des tables	177

INTRODUCTION

Les travaux de thèse présentés dans ce mémoire s'intéressent à la mesure des propriétés mécaniques élastiques des matériaux à l'échelle locale. Aujourd'hui, avec la miniaturisation des dispositifs, la connaissance de ces propriétés est devenue un enjeu majeur en sciences pour l'ingénieur, en particulier avec le développement des micro- et nano-systèmes électromécaniques (M&NEMS) qui utilisent des matériaux en couches minces (épaisseurs de quelques nanomètres à quelques centaines de micromètres). Pour déposer ce genre de matériaux, il existe différentes techniques qui mènent à des propriétés mécaniques finales de la couche mince dissemblables et difficiles à appréhender. Il est donc important pour la modélisation des M&NEMS de pouvoir mesurer les propriétés des matériaux qui les composent de manière fiable à une échelle locale. L'objectif à long terme serait d'étudier la relation procédé-matériau même afin de pouvoir relier les procédés de dépôts et les propriétés mécaniques locales finales. L'objectif de ces travaux est la caractérisation mécanique des matériaux anisotropes à l'échelle locale. Ces travaux de thèse constituent la première étape en vue de cet objectif, ils consistent à aboutir à une méthode de mesure découplée des constantes élastiques (module de Young E_S et coefficient de Poisson ν_S) des matériaux isotropes en couches minces. Pour atteindre un tel objectif, il est possible de transposer à l'échelle micro les essais existant à l'échelle macro comme par exemples : l'essai de traction [1]-[2], l'essai de compression [3], l'essai de gonflement de membrane [4], l'étude de la réponse élastique d'un microlevier chargé statiquement en flexion [5] ou l'étude des modes de flexion et de torsion d'un microlevier en dynamique [6]. Cependant, ces travaux de thèse ne concernent pas les méthodes qui nécessitent la réalisation d'un corps d'épreuve et se limitent aux méthodes qui s'appliquent à la couche déposée (sans « usinage » supplémentaire). Ainsi, ces travaux se focalisent plutôt sur des techniques comme la microscopie à sonde locale ou la nanoindentation, techniques de caractérisation mécanique à l'échelle locale qui se sont grandement développées durant ces deux dernières décennies. Ces méthodes autorisent à venir mesurer l'élasticité de matériaux en couche mince de manière fiable à une échelle très localisée. La microscopie à force atomique a été développée pour pallier à la limitation de la microscopie optique par le critère de Rayleigh, elle utilise alors une pointe en guise de sonde. C'est ainsi que le premier microscope à force atomique (AFM) a été développé par Binnig *et al.* [7], il utilise un microlevier submillimétrique avec en bout une pointe ayant un rayon de courbure de l'ordre de la dizaine de nanomètres. L'AFM sert initialement à mesurer la topographie des échantillons mais plusieurs méthodes ont ensuite été développées pour mesurer l'élasticité des matériaux. La première est la courbe force-distance [8]-[9]. Elle consiste à charger le matériau avec la pointe puis à le décharger, tout en mesurant la déflexion du microlevier, qui est liée à la réponse élastique de l'échantillon, en fonction de la distance. Elle permet d'obtenir une mesure quasi-statique du module d'élasticité réduit E_S^* . Pour que la méthode soit la plus sensible possible, il faut que les raideurs de l'échantillon et du microlevier soit du même ordre de grandeur. La raideur des microleviers d'AFM étant faible, cette méthode s'applique surtout à des matériaux relativement mous comme les matériaux biologiques ou certains polymères. De plus, dans le cas d'un

matériau en couche mince, plus le déplacement sera grand plus l'influence du substrat deviendra prépondérante. Citons ensuite la méthode de la modulation de force qui a été développée par Maivald *et al.* [10]. Elle consiste à mettre la pointe en contact avec le matériau et à faire vibrer le microlevier ou l'échantillon, la force appliquée par la pointe sur le matériau est alors modulée. Ensuite, il faut mesurer l'amplitude des vibrations du microlevier qui dépend des propriétés élastiques de l'échantillon. Si le microlevier est excité l'amplitude diminue quand le module d'élasticité augmente et inversement si c'est la position de l'échantillon qui est modulée. Elle permet d'obtenir une mesure dynamique du module d'élasticité réduit E_S^* via la raideur de contact dépendant de la force appliquée. La sensibilité de cette méthode est elle aussi liée aux raideurs de l'échantillon et du microlevier qui doivent être du même ordre de grandeur. Enfin, une autre méthode est la microscopie acoustique à force atomique (AFAM) développée par Rabe, Arnold *et al.* [11]-[12]-[13]-[14]. L'échantillon est excité, à des fréquences de l'ordre du MHz par un transducteur piézoélectrique placé en dessous, les ondes se propageant dans le matériau puis dans le microlevier via la pointe en contact avec l'échantillon. La mesure de la fréquence d'un mode du microlevier permet d'obtenir une mesure dynamique du module d'élasticité réduit E_S^* . Le fait de travailler avec des fréquences de l'ordre du MHz permet de caractériser des matériaux avec des raideurs élevées (métaux, céramiques, ...) malgré un microlevier de faible raideur.

La nanoindentation est une autre méthode très répandue de caractérisation mécanique élastique à l'échelle locale, cette méthode contrairement aux précédentes est légèrement destructive. Elle consiste à enfoncer un indenteur, dont le rayon de pointe est nanométrique, dans le matériau puis à le retirer. L'analyse de la rigidité de contact à la décharge permet d'accéder au module d'indentation de l'échantillon. Il existe plusieurs méthodes pour obtenir les propriétés élastiques du matériau :

- la méthode classique charge-décharge de Oliver et Pharr [15]-[16], qui donne une mesure statique,
- la méthode Continuous Stiffness Measurement (CSM) [17], qui ajoute une force harmonique à la méthode classique et donne une mesure dynamique,
- la méthode Continuous Multi-Cycle (CMC) [18], qui est une méthode à chargement progressif, la méthode classique est appliquée plusieurs fois de suite avec un chargement maximum croissant.

Ces différentes méthodes donnent une mesure de combinaisons des constantes élastiques (module de Young et coefficient de Poisson) mais ne permettent pas de les découpler. Pour ce faire il est nécessaire d'utiliser plusieurs méthodes comme par exemple le font Bamber *et al.* [19] qui couple nanoindentation et microscopie acoustique, ou comme cela a été fait en couplant SMM et nanoindentation [20].

C'est dans le cadre du développement d'une technique de caractérisation mécanique élastique à l'échelle locale permettant de découpler les constantes élastiques des matériaux isotropes que se situent les travaux de thèse exposés ci-après. La technique concernée ici est la microscopie acoustique à pointe vibrante et plus précisément le Scanning Microdeformation Microscope (SMM), qui est développé au Département Micro Nano Sciences & Systèmes (MN2S) de l'Institut FEMTO-ST, depuis une vingtaine d'année [21]. Cette méthode se rapproche de la modulation de force utilisée en microscopie à force atomique mais à une échelle supérieure. Elle exploite le fait que les fréquences de résonance du capteur vibrant (une pointe collée sur un microlevier fixé sur transducteur piézoélectrique) dépendent de ses conditions aux limites et sont donc modifiées selon l'élasticité du matériau en contact avec la pointe. Il a déjà été montré que le SMM mono-

mode permet une mesure dynamique et non destructive, avec une bonne précision, du module d'élasticité réduit des matériaux à l'échelle micrométrique [22] à l'aide d'un mode « en contact » du capteur vibrant. Ces travaux ont pour objectif d'améliorer encore cette technique, en particulier via le développement d'une approche multimodale, technique émergente [23] permettant de découpler les constantes élastiques des matériaux isotropes testés (module de Young E_S et coefficient de Poisson ν_S) qui sont jusqu'alors mesurées couplées ($E_S^* = f(E_S, \nu_S)$). Ceci constitue une étape vers l'objectif suivant qui est la caractérisation mécanique des matériaux anisotropes à l'échelle locale. Ces travaux sont effectués au Département Méc'Appli (autre département du même institut), afin d'y bénéficier du savoir faire en matière de mécanique appliquée et de matériaux. Ainsi, les résultats obtenus avec le SMM multimode sont validés par la confrontation avec ceux issus d'autres techniques de caractérisation. L'intérêt est aussi d'y développer un système interférométrique de mesure de champs de rotation de surfaces, devant être intégré au SMM. De cette manière, un maximum d'informations pourra être relevé au cours de la procédure de caractérisation, rendant ainsi la technique encore plus robuste et ouvrant la possibilité de caractériser des matériaux anisotropes.

Ce mémoire se divise en deux gros chapitres, le premier traite des travaux effectués sur le SMM. Ce chapitre se divise lui-même en deux parties : la première présente le SMM et sa procédure d'exploitation tels qu'ils étaient au début de la thèse. Cette partie commence par la présentation du résonateur qui est le cœur du système puis celle du dispositif expérimental avec les différents systèmes de détection qui l'équipent. Ensuite est exposée la modélisation analytique du résonateur, nécessaire à l'exploitation quantitative du système. Cette partie se termine par la description de la procédure d'identification développée pour obtenir une mesure quantitative du module d'élasticité réduit, à l'échelle locale, du matériau testé, à partir d'une fréquence de résonance du capteur vibrant. La seconde partie présente les travaux effectués sur l'exploitation multimodale du SMM afin d'aboutir à une mesure découplée des constantes élastiques. Cette partie débute en justifiant les besoins d'enrichissement du modèle, nécessaire pour l'approche multimodale, et en présentant la nouvelle modélisation du résonateur qui en découle. Par la suite, les procédures d'identification à appliquer pour exploiter les mesures de façon quantitative sont exposées. La première procédure est une nouveauté apportée par ces travaux, elle permet d'identifier les paramètres du modèle à partir de n fréquences de résonance ($n > 2$) du capteur vibrant « à vide » (sans contact entre la pointe et l'échantillon). La seconde procédure permet d'identifier les constantes élastiques découplées du matériau testé à partir de n fréquences de résonance ($n > 2$) du capteur vibrant « en contact » (avec contact entre la pointe et l'échantillon). Ces procédures d'identifications sont exposées et illustrées par un exemple de caractérisation d'un matériau au comportement « simple » et déjà connu. La méthode proposée est validée en comparant les résultats qu'elle fournit sur ce matériau avec ceux obtenus par d'autres méthodes. Ensuite, un exemple de caractérisation d'un matériau plus « complexe », mettant en lumière certaines limites de la méthode, est proposé. Le chapitre se termine par des perspectives d'exploitations ultérieures du SMM multimode comme la caractérisation mécanique des matériaux anisotropes et la mesure de la viscosité des matériaux. Il s'achève finalement par des conclusions sur les avancées effectuées et en particulier sur le besoin d'informations supplémentaires pour gagner encore en robustesse et se diriger vers l'étude des matériaux anisotropes, telle qu'une mesure du champ de rotation de la surface de l'échantillon testé.

Le deuxième chapitre présente le système d'imagerie interférométrique développé pour mesurer le champ de rotation d'une surface. Le dispositif expérimental est décrit ainsi que la fabrication de l'élément clé qui lui confère sa sensibilité à la rotation de la surface observée, un prisme biréfringent à gradient d'indice. Ensuite, l'ensemble du développement de la modélisation, du prisme et du système complet, est exposé. Puis, il est traité de la procédure de calibration à appliquer pour obtenir des résultats quantitatifs à partir des mesures expérimentales. La fin du chapitre est consacrée à des exemples de validation pour lesquels une mesure de champs de rotation est particulièrement propice, dont un dans une configuration comparable à celle du SMM.

Ce mémoire se termine par la conclusion générale sur les travaux effectués au cours de cette thèse. Diverses annexes sont fournies en toute fin, certaines notions ou travaux secondaires brièvement énoncés dans ce mémoire y sont exposés plus en détail.

MICROSCOPIE À SONDE LOCALE MULTIMODALE POUR LA MESURE DÉCOUPLÉE DES CONSTANTES ÉLASTIQUES

1.1/ INTRODUCTION

Ce chapitre se décompose en deux grandes parties. La première est dédiée à la présentation du Scanning Microdeformation Microscope (SMM) tel qu'il était exploité au début de ces travaux de thèse. Le résonateur et sa fabrication ainsi que le dispositif de mesure complet sont tout d'abord décrits en détail. Par la suite, la modélisation analytique du capteur vibrant, nécessaire à l'exploitation du système, est intégralement exposée. Cette partie se termine avec la présentation de la procédure d'identification à appliquer pour recalibrer les différents paramètres du modèle et obtenir une mesure quantitative du module d'élasticité réduit de l'échantillon testé à l'échelle locale, à partir d'une fréquence de résonance du capteur vibrant.

La seconde partie est consacrée aux travaux effectués au cours de cette thèse, soit à l'utilisation multimodale du SMM, avec pour objectif la mesure découplée des constantes élastiques à l'échelle locale. En premier lieu, le modèle précédemment exposé est enrichi afin de l'adapter pour l'approche multimodale. Ces enrichissements sont justifiés puis le modèle enrichi complet est décrit en détail. Ensuite, les procédures d'identification des paramètres de modélisation et des constantes élastiques découplées, à partir des fréquences de résonance mesurées avec le SMM sont présentées. Ces procédures sont ensuite appliquées à des exemples concrets de caractérisation mécanique élastique ayant pour but la validation de la méthode et l'exploration de ses possibilités et ses limites. Le chapitre se termine par des perspectives d'utilisation du SMM soulevées par les différents travaux exposés.

1.2/ PRÉSENTATION DU SCANNING MICRODEFORMATION MICROSCOPE

Cette partie a pour but la présentation du Scanning Microdeformation Microscope (SMM). Le résonateur et sa fabrication y sont exposés puis le dispositif complet avec ses systèmes de détection sont décrits et ce pour aboutir au modèle analytique complet du système. Pour finir, les procédures à appliquer pour identifier les paramètres du modèle et le

module d'élasticité réduit du matériau testé sont expliquées en détail.

1.2.1/ FABRICATION DU RÉSONATEUR

Commençons par une présentation du capteur vibrant pièce maîtresse du SMM. Il se compose d'un support, d'un transducteur piézoélectrique bimorphe, d'un microlevier et d'une pointe combinés ensemble (voir Fig. 1.1).

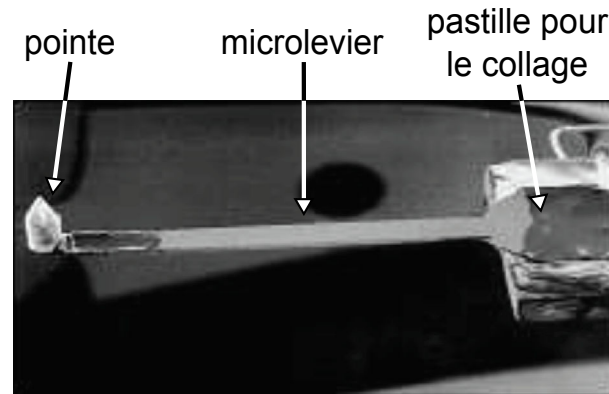


FIGURE 1.1 – Image du capteur vibrant expérimental du SMM observé au microscope optique [24].

Le transducteur piézoélectrique bimorphe est en PSI-5H4E de chez Piezo System Inc. Il fait $0,86\text{ mm}$ d'épaisseur, 8 mm de long et 4 mm de large. Il est collé perpendiculairement au bord du support avec de la colle cyanoacrylate en laissant dépasser la longueur L_{PZT} (voir Fig. 1.2). La première fréquence de résonance du transducteur piézoélectrique bimorphe est de l'ordre de quelques dizaines de kHz et dépend de la longueur L_{PZT} . A noter qu'il y a des soudures sur les faces inférieure et supérieure du transducteur (voir Fig. 1.2), afin de l'alimenter électriquement.

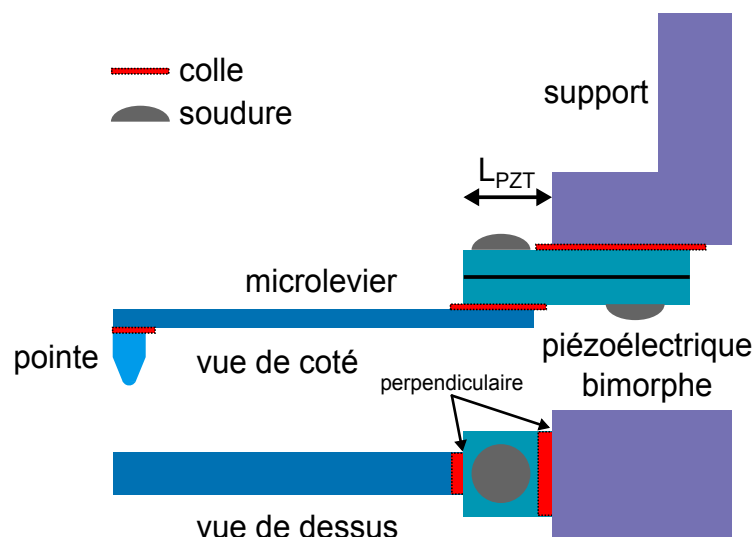


FIGURE 1.2 – Schéma du résonateur du SMM.

Le microlevier (Fig. 1.4(a)) est en silicium, il a une section (presque) rectangulaire et typiquement ses dimensions sont de l'ordre de $150\ \mu\text{m}$ d'épaisseur, quelques mm de long et $400\ \mu\text{m}$ de large pour les faces inférieure et supérieure.

Le procédé de fabrication des microleviers est décrit par la figure 1.3 et se passe comme suit :

1. le wafer en silicium (Si), recouvert sur ses deux faces de silice (SiO_2), est d'abord recouvert par un dépôt de résine sur sa face supérieure,
2. la résine est ouverte par photolithographie,
3. la silice est alors ouverte, là où elle n'est pas recouverte de résine, par un bain HF,
4. la face supérieure du silicium est ensuite attaquée par gravure KOH pour donner leur épaisseur aux microleviers (la face inférieure du wafer est protégée contre l'attaque),
5. la face inférieure du wafer est recouverte par un dépôt de résine,
6. le dépôt de résine est ouverte par photolithographie pour définir la largeur et la longueur des microleviers,
7. les microleviers sont enfin réalisés par DRIE afin d'obtenir des flancs les plus verticaux possible (dans les faits, la section est trapézoïdale).

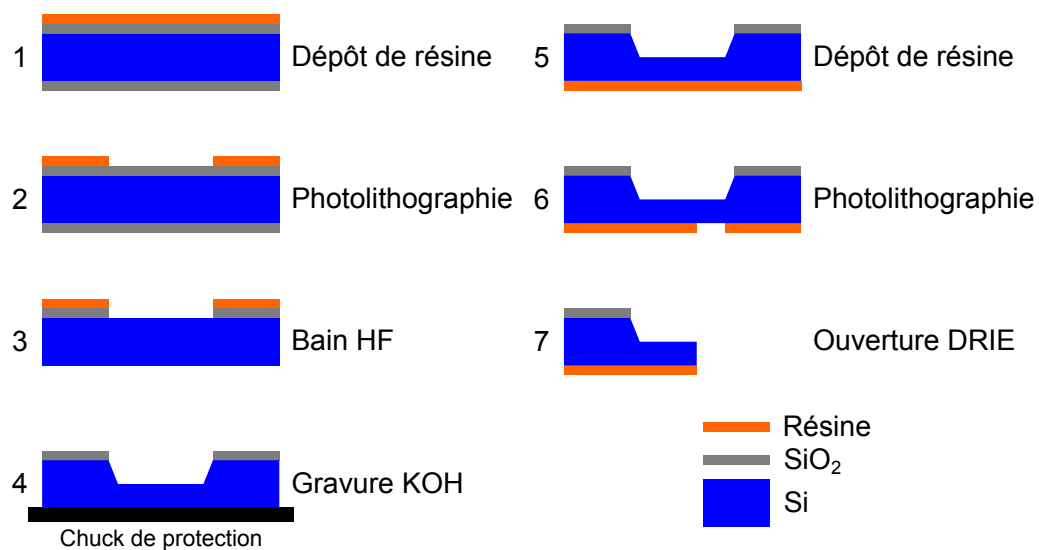


FIGURE 1.3 – Procédure de fabrication des microleviers [20].

La longueur de la poutre est très variable car c'est d'elle dont dépend la sensibilité du système. Pour une sensibilité maximum, il faut que les raideurs du microlevier et du contact normal soient proches voire égales, de sorte que la longueur de la poutre est choisie afin d'adapter la raideur du microlevier à celle de l'échantillon testé [25]. Il est collé avec de la colle cyanoacrylate sur le bimorphe grâce à la pastille qui se trouve à son extrémité (voir Fig. 1.1).

La pointe (Fig. 1.4(b)) est en saphir (ou en diamant) et se compose de 3 parties : une base cylindrique, de $400\ \mu\text{m}$ de diamètre et quelques centaines de μm de hauteur, surmontée d'un cône tronqué avec une extrémité sphérique ayant un rayon de courbure de l'ordre de la dizaine de μm (ou de l'ordre du μm pour une pointe diamant), sa hauteur totale est inférieure à $1\ \text{mm}$. Elle est collée à l'extrémité libre du microlevier avec de la colle cyanoacrylate.

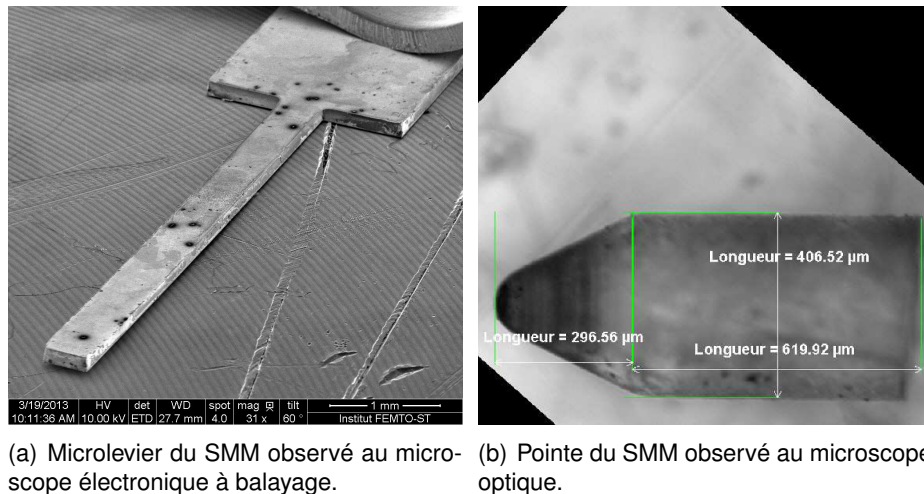


FIGURE 1.4 – Images des éléments du capteur vibrant expérimental.

Le résonateur du SMM a des dimensions bien supérieures à celles du résonateur d'un microscope à force atomique (AFM) [7] pour lequel le rayon de courbure à l'extrémité de la pointe est de l'ordre de quelques dizaines de nm . De plus, dans le cas de l'AFM, le microlevier est incliné d'un angle d'attaque de l'ordre d'une dizaine de degrés, afin de ne pas l'endommager car la pointe est très courte par rapport à la longueur du microlevier. Le SMM ne supporte pas cette contrainte, le microlevier utilisé est parallèle à la surface de l'échantillon, ce qui allège la modélisation du capteur vibrant complet. De plus, les dimensions du résonateur du SMM étant supérieures à celles de celui d'un AFM, sa géométrie est mieux contrôlée.

Le tableau 1.1 donne les dimensions, mesurées à l'aide d'un microscope optique, du microlevier et de la pointe utilisés par la suite pour l'expérimentation.

Dimensions du microlevier et de la pointe utilisés			
Microlevier		Pointe	
Epaisseur	$125\ \mu\text{m}$	Diamètre de la base cylindrique	$398\ \mu\text{m}$
Longueur	$5,09\ \text{mm}$	Longueur de la base cylindrique	$265\ \mu\text{m}$
Largeur de la face supérieure	$410\ \mu\text{m}$	Longueur totale	$707\ \mu\text{m}$
Largeur de la face inférieure	$431\ \mu\text{m}$	Rayon de l'extrémité	$15\ \mu\text{m}$

TABLE 1.1 – Dimensions du microlevier et de la pointe utilisés.

1.2.2/ DISPOSITIF EXPÉRIMENTAL

Cette partie est dédiée à la présentation du Scanning Microdeformation Microscope (SMM), il s'agit d'un microscope acoustique à pointe vibrante développé au Département Micro Nano Sciences & Systèmes (MN2S) de l'Institut FEMTO-ST, depuis plus de vingt ans [21]. Le schéma complet du SMM est représenté dans la figure 1.5. Le cœur du système est son capteur vibrant (transducteur piézoélectrique bimorphe + microlevier + pointe) (voir Partie 1.2.1) qui lui confère sa sensibilité par rapport aux propriétés mécaniques élastiques de l'échantillon. Le capteur vibrant est entouré de différents systèmes : un générateur permettant d'alimenter la céramique piézoélectrique et de choisir la fréquence d'excitation. Une platine de translation en z permet d'approcher grossièrement la pointe de l'échantillon, une platine de translation x, y, z permettant de mettre en contact la pointe et l'échantillon et de contrôler la force statique exercée par la pointe sur l'échantillon (z) mais également de balayer l'échantillon (x et y). Enfin, une caméra avec un objectif $x10$ permet de visualiser la surface de l'échantillon dans la zone de contact et d'observer la mise en contact. Le SMM contient aussi deux systèmes de détection (décrits par la suite) : un système à photodiode 4-quadrants permettant de repérer le contact entre la pointe et l'échantillon et une sonde hétérodyne permettant de mesurer l'amplitude absolue des vibrations du microlevier.

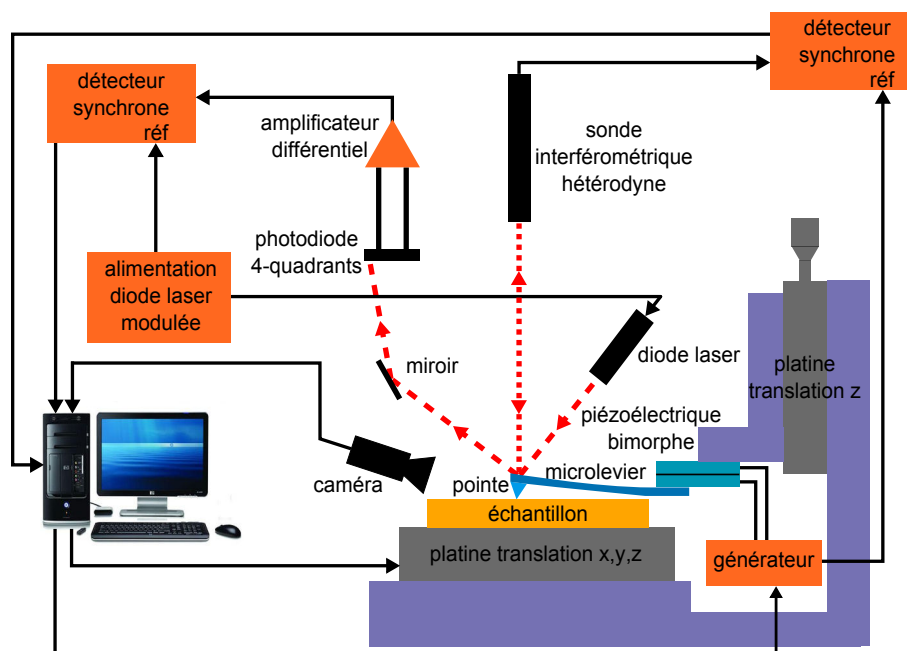


FIGURE 1.5 – Schéma complet du SMM.

Le principe du SMM consiste à mettre en contact la pointe avec l'échantillon et d'exciter le résonateur en faisant un balayage en fréquence afin de mesurer les modes de flexion du microlevier. Les fréquences de résonance de ses modes dépendent de la géométrie du capteur vibrant mais aussi de ses conditions aux limites et donc du matériau de l'échantillon en contact avec la pointe. Selon la rigidité du matériau, les fréquences de résonance sont modifiées [22] et c'est par ce biais que le dispositif est sensible aux constantes élastiques de l'échantillon testé [26].

1.2.2.1/ SYSTÈME DE DÉTECTION 1 : MESURE DE LA DÉFLEXION QUASI-STATIQUE DU MICROLEVIER

Le SMM est doté d'un déflectomètre représenté dans la figure 1.6. Il se compose d'une diode laser, d'une photodiode 4-quadrants et d'un amplificateur différentiel. La diode laser est modulée à 10 kHz pour s'affranchir des lumières parasites. Le faisceau qui en sort va se réfléchir sur le microlevier et termine sa course sur la photodiode 4-quadrants. Ensuite, le signal utile est extrait grâce à un détecteur synchrone ayant pour référence l'alimentation modulée de la diode laser.

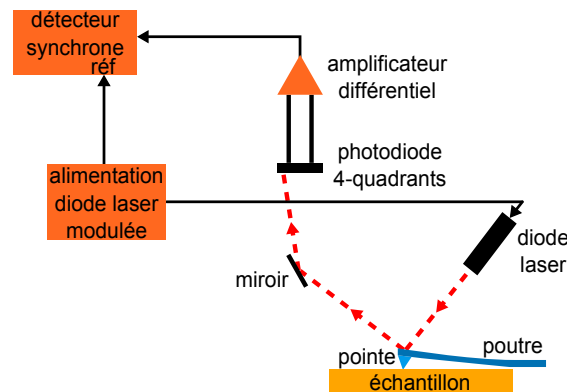


FIGURE 1.6 – Schéma du système de mesure de la déflexion du microlevier.

Lorsque le microlevier subit une flexion ou une torsion, le faisceau laser se déplace sur la photodiode 4-quadrants permettant ainsi d'évaluer sa déflexion. Ce système est en particulier utilisé pour détecter le contact entre la pointe du SMM et l'échantillon. Comme le montre la figure 1.7, l'échantillon est progressivement approché de la pointe et le signal de la photodiode est approximativement nul. A partir du point de contact ($z = 0$), le signal augmente linéairement avec la montée de l'échantillon consécutivement à la déflexion du microlevier. De la même façon, le système est utilisé pour vérifier que le microlevier ne subit pas de torsion lors de la mise en contact.

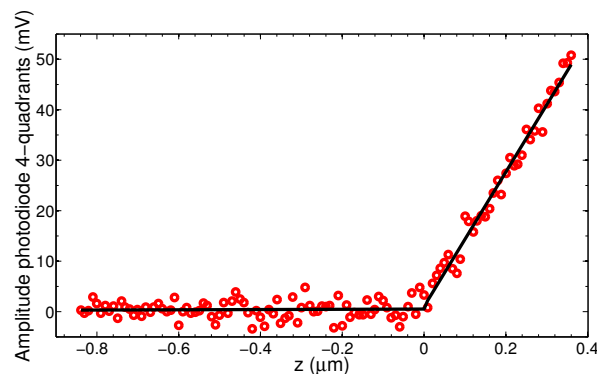


FIGURE 1.7 – Exemple de courbe de la déflexion du microlevier en fonction de la hauteur de l'échantillon z . Mesures expérimentales : cercles rouges. Régressions linéaires : traits noirs.

1.2.2.2/ SYSTÈME DE DÉTECTION 2 : MESURE DES VIBRATIONS DU MICROLEVIER

Le SMM est doté d'un second système de détection : un interféromètre hétérodyne. La sonde laser hétérodyne [27]-[28]-[29] est un système permettant de mesurer quantitativement et précisément l'amplitude et la phase des vibrations nanométriques du microlevier. La puissance du laser est de 3 mW. La bande passante du photodétecteur est de 350 MHz. La sensibilité du système peut atteindre $5 \cdot 10^{-5} \text{ Å} \cdot \text{Hz}^{-1/2}$ et dépend de la qualité de la surface du miroir du laser, pour une utilisation avec le SMM la sensibilité du système est de $3 \cdot 10^{-4} \text{ Å} \cdot \text{Hz}^{-1/2}$ à cause de la fibre optique utilisée pour guider le faisceau laser. Son originalité et son avantage sont d'utiliser le miroir de la cavité du laser pour réfléchir le faisceau ce qui supprime le bras de référence et facilite les réglages par rapport à un interféromètre hétérodyne à deux bras classique.

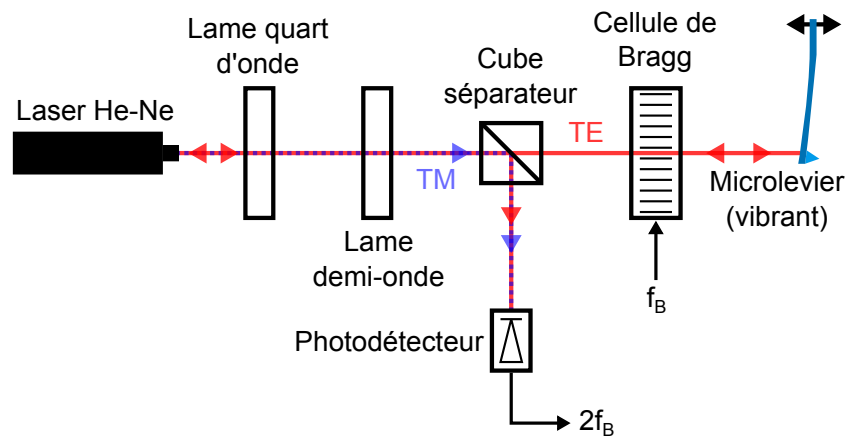


FIGURE 1.8 – Schéma de l'interféromètre hétérodyne pour la mesure des vibrations du microlevier [29].

La figure 1.8 présente le principe de fonctionnement de l'interféromètre hétérodyne. Il peut se décomposer en 5 parties :

1. Le faisceau issu du laser He-Ne, initialement polarisé horizontalement, traverse la lame quart d'onde dont l'axe rapide est à 0° . Cela ne modifie pas sa polarisation. Il traverse ensuite la lame demi-onde, orientée d'un angle $\theta = 22,5^\circ$, qui induit une rotation de 2θ de la polarisation et permet la division de l'intensité entre deux faisceaux.
2. Le cube séparateur envoie la composante du faisceau incident polarisée verticalement appelée polarisation transverse magnétique TM sur le photodétecteur et la composante polarisée horizontalement appelée polarisation transverse électrique TE sur la cellule de Bragg.
3. Le faisceau TE traverse la cellule de Bragg, se réfléchit sur le microlevier qui le module en phase et repasse à travers la cellule. A ce moment, le faisceau TE est toujours polarisé horizontalement à une fréquence $f_L + 2f_B$ ($f_L = 474 \text{ THz}$: fréquence du laser et $f_B = 81 \text{ MHz}$: fréquence du pilote de la cellule de Bragg).
4. Le faisceau TE traverse à nouveau le cube, les lames quart- et demi-onde et se réfléchit sur le miroir du laser. Il traverse de nouveau les lames et se retrouve polarisé verticalement.

5. Le cube séparateur envoie le faisceau TE vers le photodétecteur sur lequel les faisceaux TM et TE, de fréquences f_L et $f_L + 2f_B$ respectivement, peuvent interférer (bande passante du photodétecteur : 350 MHz).

1.2.2.2.1/ SENSIBILITÉ DE L'INTERFÉROMÈTRE HÉTÉRODYNE

Il est nécessaire de connaître la sensibilité de l'interféromètre hétérodyne pour obtenir l'amplitude des vibrations du microlevier en mètre. A la sortie du détecteur synchrone auquel est raccordé l'interféromètre (voir Fig. 1.5), l'amplitude des vibrations est donnée en volt, la connaissance de la sensibilité permet de faire la conversion en mètre. Les vibrations du microlevier étant sinusoïdales, la différence de phase $\Delta\phi$ entre les rayons TE et TM s'écrit :

$$\Delta\phi = \phi_S + 2k_0u \cos(\omega_a t + \phi) \quad (1.1)$$

avec : ϕ_S le déséquilibre statique dû à la différence de longueur entre les bras de l'interféromètre, $k_0 = \frac{2\pi}{\lambda_L}$ le vecteur d'onde optique, $\lambda_L = 633 \text{ nm}$ la longueur d'onde du laser He-Ne, u l'amplitude absolue des vibrations et ω_a la pulsation des vibrations.

En considérant que la bande passante de la photodiode est telle qu'elle filtre naturellement les hautes fréquences, l'intensité du courant à la sortie de la photodiode s'écrit :

$$I(t) = S I_0 \cos[2\omega_B t + 2k_0u \cos(\omega_a t + \phi) + \phi_S] \quad (1.2)$$

avec : I_0 l'amplitude de l'intensité lumineuse, S la sensibilité du photodétecteur et $\omega_B = 2\pi f_B$ la pulsation du pilote de la cellule de Bragg.

Le spectre du courant est donc composé d'une porteuse à $2\omega_B$ et des raies latérales à $2\omega_B \pm m\omega_a$ dont les amplitudes sont données par les fonctions de Bessel $J_m(2k_0u)$ (m étant l'ordre des fonctions de Bessel). Pour les faibles amplitudes de vibration le spectre se réduit à trois raies dont les amplitudes sont proportionnelles au déplacement.

$$J_0(2k_0u) \approx 1 \quad \text{amplitude de la porteuse à } 2f_B \quad (1.3)$$

$$J_1(2k_0u) \approx k_0u \quad \text{amplitude des raies à } 2f_B \pm f_a \quad (1.4)$$

L'expression de l'intensité du courant à la sortie de la photodiode s'écrit alors :

$$I(t) = S I_0 \left\{ \underbrace{\cos[2\omega_B t + \phi_S]}_{\text{porteuse à } 2f_B} + \underbrace{k_0u \cos[(2\omega_B + \omega_a)t + \phi_S + \phi]}_{\text{raie à } 2f_B + f_a} - \underbrace{k_0u \cos[(2\omega_B - \omega_a)t + \phi_S + \phi]}_{\text{raie à } 2f_B - f_a} \right\} \quad (1.5)$$

La figure 1.9 représente le spectre en amplitude à la sortie de l'interféromètre hétérodyne. La porteuse apparaît à la fréquence $2f_B$ avec une amplitude $A_0 = 1$ et les deux raies latérales apparaissent aux fréquences $2f_B \pm f_a$ avec une amplitude $A_1 = k_0u$ proportionnelle au déplacement.

Ainsi l'expression du déplacement s'écrit :

$$\frac{A_0}{A_1} = \frac{1}{k_0u} \Leftrightarrow u = \frac{A_1}{k_0 A_0} = \frac{\lambda_L A_1}{2\pi A_0} \quad (1.6)$$

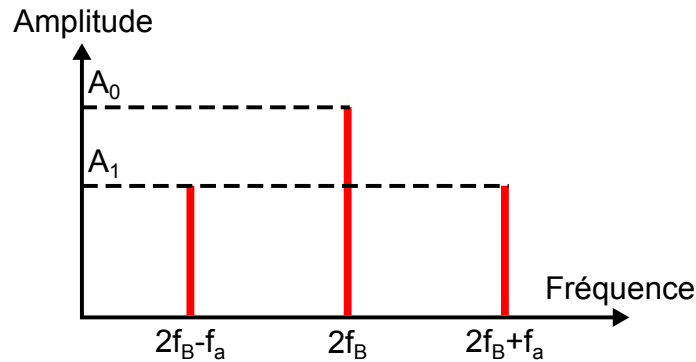


FIGURE 1.9 – Spectre en amplitude à la sortie de l'interféromètre hétérodyne.

Grâce à l'expression précédente il est possible de connaître le déplacement absolu u du microlevier en mètre à partir du spectre en amplitude à la sortie de l'interféromètre hétérodyne obtenu avec un analyseur de spectre. Simultanément il est possible de connaître l'amplitude de ces vibrations en volt à la sortie du détecteur synchrone, auquel est raccordé l'interféromètre (voir Fig. 1.5). Avec ces deux valeurs de mesure du même phénomène il devient aisé d'accéder à la sensibilité de l'interféromètre hétérodyne qui est de $37,0 \mu V.nm^{-1}$. Elle permet par la suite de convertir la mesure en volt à la sortie du détecteur synchrone en une mesure en mètre.

1.2.3/ MODÉLISATION

Cette partie est consacrée à la modélisation du capteur vibrant du SMM. Elle est décrite en plusieurs étapes : premièrement la modélisation du contact statique, puis la modélisation dynamique des interactions pointe/échantillon et bimorphe/microlevier pour finir par le modèle complet du résonateur, afin d'aboutir à une condition analytique de résonance du capteur vibrant. La partie se termine par les possibilités d'utilisations, directe et inverse, de la condition de résonance.

1.2.3.1/ MODÉLISATION DU CONTACT

La modélisation du contact utilisée pour le SMM va être développée dans cette partie. Le principe du SMM consiste à mettre en contact un capteur vibrant, au bout duquel se trouve une pointe, avec l'échantillon à tester ce qui correspond à un contact sphère/plan. Il est donc important de connaître précisément la nature et les caractéristiques du contact pointe/échantillon. Ces dernières dépendent de la force appliquée entre les deux solides, des propriétés élastiques des matériaux de la pointe et de l'échantillon, de la rugosité de la surface de l'échantillon et de l'environnement dans lequel se fait le contact. C'est donc grâce à la définition précise du contact qu'il est possible d'utiliser l'interaction pointe/échantillon pour remonter à des informations sur le matériau testé, particulièrement à ses propriétés mécaniques élastiques. Les développements de la microscopie à force atomique ont renouvelé l'intérêt porté à la mécanique du contact. Il existe ainsi plusieurs théories du contact (Hertz, JKR, DMT, Maugis, ...) qui reposent sur les hypothèses suivantes, données par Johnson [30] :

- les solides en contact sont supposés semi-infinis,

- ils sont parfaitement élastiques, homogènes et isotropes,
- leurs surfaces peuvent être représentées localement par leurs rayons de courbure respectifs,
- le contact est non adhésif, purement élastique,
- les influences de la friction et du cisaillement ne sont pas considérées,
- l'aire de contact et l'indentation élastique sont petites devant les rayons de courbure.

Le choix de la théorie la plus adaptée s'effectue en tenant compte de plusieurs paramètres : importance de la charge appliquée, de l'énergie d'adhésion, du module des matériaux en contact, des dimensions de la pointe. Cependant, dans le cas du SMM il a été montré [20] que l'utilisation de la théorie de Hertz est suffisante, mais au besoin il est tout à fait possible de se servir d'une autre théorie.

La théorie du contact de Hertz est la plus ancienne et la plus simple des théories du contact. Elle considère un contact élastique sans prise en compte des forces d'adhésion, pour des matériaux considérés comme isotropes et permet d'exprimer le rayon de l'aire de contact (a), l'indentation élastique sous la pointe (δ), la distribution des contraintes ainsi que la déformation engendrée à partir du chargement exercé (F_0), du rayon de courbure de la pointe (r_T) et des propriétés élastiques de la pointe (E_T et ν_T) et de l'échantillon (E_S et ν_S).

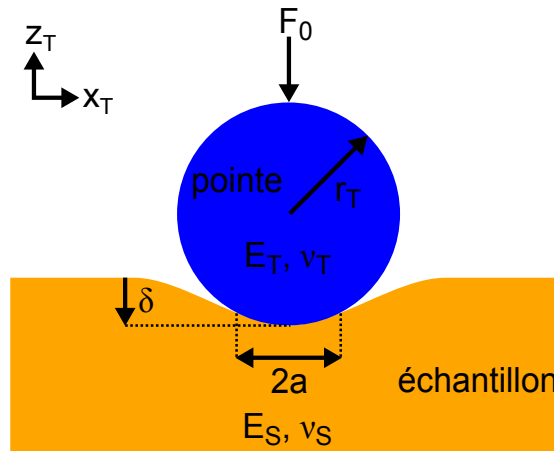


FIGURE 1.10 – Illustration du contact sphère/plan sous un effort normal.

Dans le cas d'un contact sphère/plan, le rayon de l'aire de contact a est donné par la relation suivante :

$$a = \sqrt[3]{\frac{3|F_0|r_T}{4E^*}} \quad (1.7)$$

avec : $F_0 < 0$ en projection sur z_T et E^* le module de Young réduit des matériaux (pointe et échantillon) :

$$\frac{1}{E^*} = \frac{1 - \nu_S^2}{E_S} + \frac{1 - \nu_T^2}{E_T} \quad (1.8)$$

Dans le cas d'un échantillon de module d'élasticité faible devant celui de la pointe ($E_S \ll E_T$), E^* se simplifie comme suit :

$$E^* = E_S \left[\frac{1}{1 - \nu_S^2} + o\left(\frac{E_S}{E_T}\right) \right] = E_S^* \left[1 + o\left(\frac{E_S}{E_T}\right) \right] \quad (1.9)$$

Par la suite, les notations E^* et E_S^* sont confondues.

L'indentation élastique δ (déplacement maximum sous la pointe) s'écrit :

$$\delta = -\frac{a^2}{r_T} = -\sqrt[3]{\frac{9F_0^2}{16r_TE^{*2}}} \quad (1.10)$$

avec : $\delta < 0$ en projection sur z_T (voir Fig. 1.10).

Ces résultats sont obtenus en considérant que :

- la distribution de pression est nulle en dehors du contact et qu'elle a une valeur finie en tout point de l'aire de contact,
- les surfaces sont lisses (à l'échelle nanométrique),
- les forces d'adhésion due aux phénomènes interfaciaux sont négligeables.

Pour pouvoir utiliser cette théorie il faut donc que les forces d'adhésion soient négligeables devant la force normale (F_0). Ceci est loin d'être vrai en microscopie à force atomique [31] compte tenu des dimensions nanométriques du contact. Dans le cas du SMM le rayon de courbure de la pointe est suffisamment important (de l'ordre de la dizaine de μm (voir partie 1.2.1)) pour que les forces d'adhésion soient négligées devant le chargement normal [20]. Ainsi, la théorie de Hertz sera utilisée par la suite. Si besoin, par exemple pour un échantillon de très faible module, il reste possible d'utiliser une théorie prenant en compte les forces d'adhésion (JKR, DMT, Maugis, ...).

1.2.3.2/ MODÉLISATION DYNAMIQUE DU SMM

Dans cette partie, la modélisation complète du capteur vibrant du SMM en contact avec un échantillon va être présentée. Dans un premier temps, l'interaction de contact entre la pointe et l'échantillon est développée, puis l'interaction entre le bimorphe et le microlevier. Pour finir, un modèle dynamique complet du microlevier, utilisant les « conditions aux limites » précédemment développées, est proposé.

1.2.3.2.1/ INTERACTION DE CONTACT POINTE/ÉCHANTILLON

L'interaction de contact pointe/échantillon qui correspond à un contact sphère/plan est modélisée par deux ressorts [26] : K_N et K_T représentant respectivement, les interactions normale et tangentielle de contact (voir Fig. 1.11). Ces deux interactions de contact exercent une force de rappel sur la pointe $F(x = L_C) = -K_N z(x = L_C)$ ainsi qu'un moment $M(x = L_C) = -K_T L_T z(x = L_C)$ (avec : L_C la longueur du microlevier et L_T la longueur de la pointe). Les expressions de ces raideurs sont obtenues à partir de la théorie du contact de Hertz et s'expriment en fonction de différentes caractéristiques de la pointe et de l'échantillon, en particulier de ses constantes élastiques.

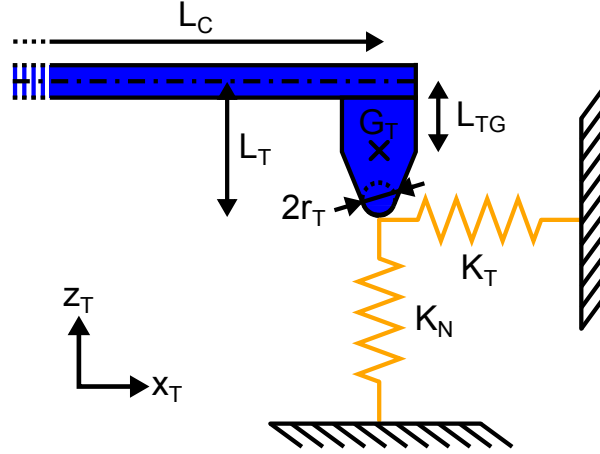


FIGURE 1.11 – Modélisation de la pointe du SMM en contact avec un échantillon.

L'expression de l'interaction normale de contact K_N , obtenue par la théorie de Hertz, est :

$$K_N = 2E^*a = \sqrt[3]{6(-F_0)r_TE^{*2}} \quad (1.11)$$

avec : a le rayon de contact (voir Eq. (1.7)), E^* le module d'élasticité réduit (voir Eq. (1.8)), r_T le rayon de la pointe et F_0 la force appliquée.

L'expression de l'interaction de contact K_T , donnée par Johnson [30], est :

$$\frac{K_N}{K_T} = \frac{\frac{2-\nu_S}{2G_S} + \frac{2-\nu_T}{2G_T}}{\frac{1-\nu_S}{G_S} + \frac{1-\nu_T}{G_T}} \quad (1.12)$$

avec : $G_i = \frac{E_i}{2(1+\nu_i)}$ les modules de cisaillement de l'échantillon (G_S) et de la pointe (G_T) dans le cas de matériaux isotropes.

Dans le cas d'un échantillon de module d'élasticité faible devant celui de la pointe ($E_S \ll E_T$), les expressions se ramènent à :

$$K_N = \sqrt[3]{6(-F_0)r_T \left(\frac{E_S}{1-\nu_S^2} \right)^2} \left[1 + o\left(\frac{E_S}{E_T} \right) \right] \quad (1.13)$$

$$K_T = K_N \left[\frac{2(1-\nu_S)}{2-\nu_S} + o\left(\frac{E_S}{E_T} \right) \right] \quad (1.14)$$

Grâce à cette modélisation « simple » des interactions de contact, si K_N et K_T sont connus, alors il est possible de remonter aux valeurs quantitatives des constantes élastiques du matériaux (E_S et ν_S) en inversant le système d'équations (1.13) (1.14) comme suit :

$$E_S = \frac{\sqrt{6(-F_0)r_T K_N(4K_N - 3K_T)K_N K_T}}{6(-F_0)r_T(2K_N - K_T)^2} \quad (1.15)$$

$$\nu_S = \frac{2(K_N - K_T)}{2K_N - K_T} \quad (1.16)$$

Il est aussi possible d'accéder au module d'élasticité réduit (E_S^*) en connaissant seulement K_N (dans ce cas la valeur de ν_S est imposée, pour avoir une valeur de K_T), comme suit :

$$E_S^* = \frac{\sqrt{6(-F_0)r_T K_N K_N}}{6(-F_0)r_T} \quad (1.17)$$

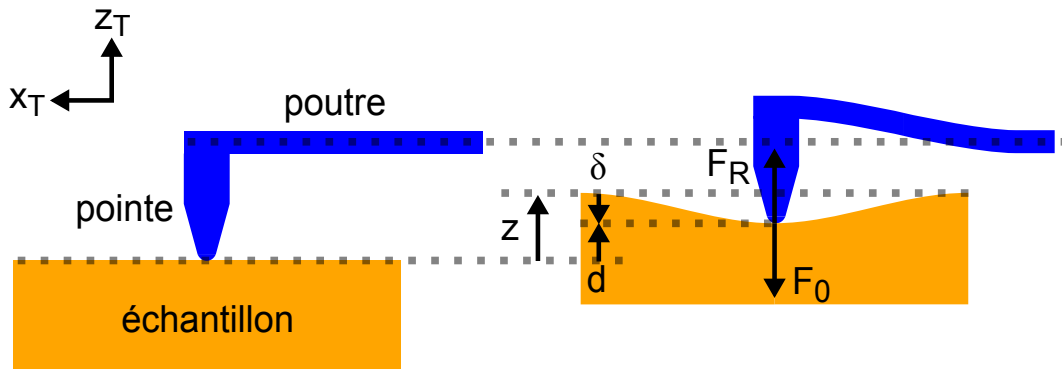


FIGURE 1.12 – Pointe du SMM en contact avec un échantillon.

Avec les équations précédemment posées il est maintenant possible de calculer la force appliquée F_0 . Pour cela, partons de l'équation de l'indentation élastique δ en fonction de la déflexion du microlevier d et de la distance d'appui z , hauteur de laquelle est monté l'échantillon à partir du contact (voir Fig. 1.12) :

$$\delta = d - z \quad (1.18)$$

Le paramètre z est important puisque pour calculer la force F_0 c'est la valeur de ce paramètre qui est réellement imposée.

Il faut aussi l'expression des forces de contact (force exercée par la pointe sur l'échantillon) F_0 et de rappel (force exercée par l'échantillon sur la pointe) F_R :

$$\begin{aligned} F_0 &= -K_C d \\ F_R &= -K_N \delta \end{aligned} \quad (1.19)$$

avec : K_C la rigidité du microlevier.

A partir de ces deux forces, l'équilibre du contact entre la pointe et l'échantillon s'écrit :

$$F_R = -F_0 \quad (1.20)$$

Il est maintenant possible, en combinant les équations (1.18) et (1.20), d'obtenir la relation qui lie l'indentation élastique δ à la distance d'appui z :

$$\delta = -\frac{z}{1 + \frac{K_N}{K_C}} \quad (1.21)$$

Finalement, en combinant les expressions de l'indentation élastique (1.10) et de la raideur normale de contact (1.13), données par la théorie de Hertz avec la relation précédente (1.21), une équation de laquelle peut être extraite une valeur numérique de F_0 est obtenue :

$$\sqrt[3]{\frac{9F_0^2}{16r_T \left(\frac{E_S}{1-\nu_S^2} \right)^2}} = \frac{z}{1 + \frac{\sqrt[3]{6(-F_0)r_T \left(\frac{E_S}{1-\nu_S^2} \right)^2}}{K_C}} \quad (1.22)$$

Pour obtenir cette valeur numérique de F_0 , le résidu $\eta_{F_0}^2$ est défini à partir de l'équation précédente :

$$\eta_{F_0}^2 = \min_{F_0} \left[\frac{z}{1 + \frac{\sqrt[3]{6(-F_0)r_T \left(\frac{E_S}{1-\nu_S^2} \right)^2}}{K_C}} - \sqrt[3]{\frac{9F_0^2}{16r_T \left(\frac{E_S}{1-\nu_S^2} \right)^2}} \right]^2 \quad (1.23)$$

Connaissant les valeurs des différents paramètres z , r_T , K_C , E_S et ν_S , le résidu $\eta_{F_0}^2$ peut être minimisé par rapport à F_0 pour en obtenir la valeur. La minimisation se fait à l'aide de la fonction « fminbnd » de MATLAB® qui utilise la méthode du nombre d'or avec une interpolation parabolique [32]-[33].

L'évolution de la force appliquée F_0 en fonction du module de Young de l'échantillon E_S et de la distance d'appui z est tracée sur la Fig. 1.13. $|F_0|$ croît linéairement avec la distance d'appui et avec la raideur de l'échantillon pour les plus faibles valeurs. L'effort est indépendant de cette raideur pour ses grandes valeurs.

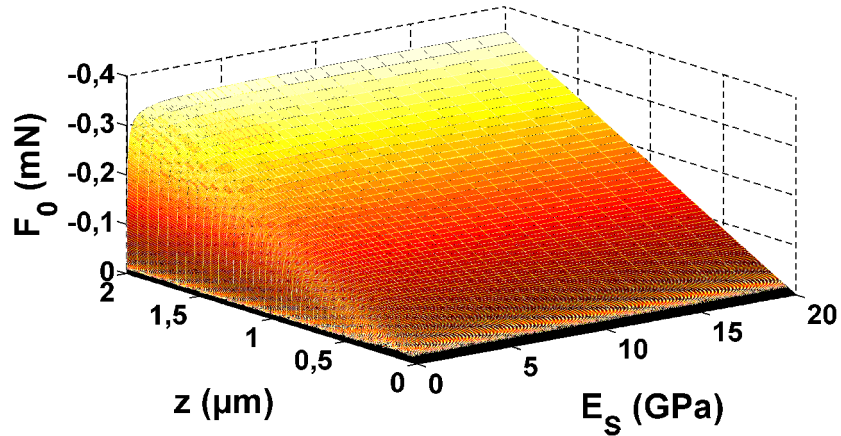


FIGURE 1.13 – Effort sur la pointe F_0 en fonction du module de Young de l'échantillon E_S et de la distance d'appui z , pour $r_T = 15 \mu m$, $\nu_S = 0,35$ et $K_C \approx 264 N.m^{-1}$.

A l'aide de l'équation (1.7), traçons aussi l'évolution du rayon de contact a en fonction des mêmes variables (voir Fig. 1.14). Cette fois, a croît avec la distance d'appui et décroît avec la raideur de l'échantillon, ce qui est tout à fait logique. Plus un échantillon est chargé plus le rayon de contact est grand et plus l'échantillon est rigide plus le rayon de contact est petit, à chargement constant.

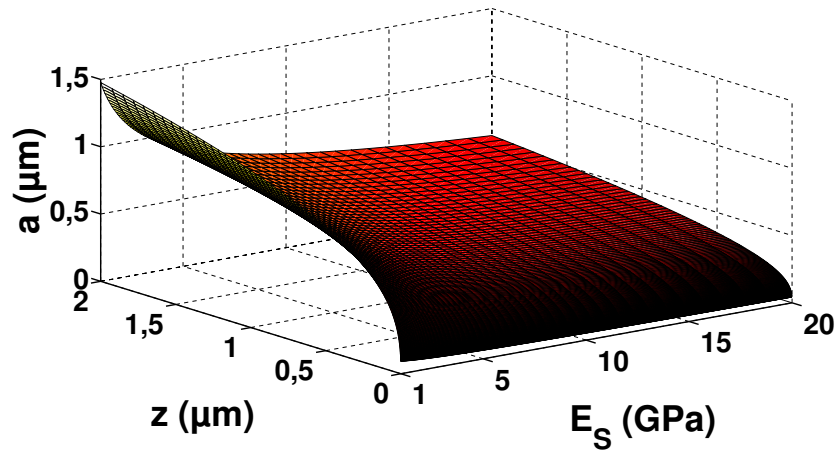


FIGURE 1.14 – Rayon de contact a en fonction du module de Young de l'échantillon E_S et de la distance d'appui z , pour $r_T = 15 \mu m$, $\nu_S = 0,35$ et $K_C \approx 264 N.m^{-1}$.

1.2.3.2.2/ INTERACTION BIMORPHE/MICROLEVIER

L'interaction bimorphe/microlevier est importante puisque c'est elle qui modélise l'excitation de la base du microlevier par le bimorphe. Sa modélisation a évolué au cours du temps pour affiner la modélisation globale du capteur vibrant, d'abord un simple encastrement [34], puis un ressort [22] (voir Fig. 1.25(a)) et un système masse/ressort (m_{PT}/K_{PT}) [26]-[35] (voir Fig. 1.15). Avec cette modélisation, le bimorphe exerce une force de rappel à la base du microlevier $F(x=0) = -K_{PT}z(0)$, avec $z(x)$ la déformée modale.

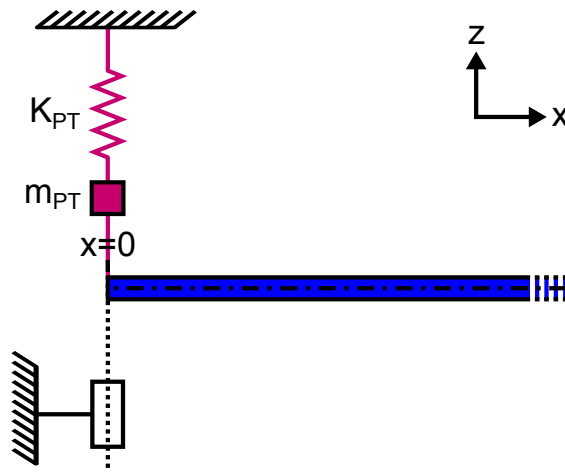


FIGURE 1.15 – Modélisation du transducteur piézoélectrique bimorphe du SMM.

1.2.3.2.3/ MODÉLISATION COMPLÈTE DU CAPTEUR VIBRANT DU SMM

Il est maintenant possible de s'intéresser à la modélisation complète du capteur vibrant du SMM en utilisant les conditions précédemment définies. Cela va conduire à une condition analytique de résonance pour le capteur vibrant. Il sera alors possible de déterminer ses modes de flexion.

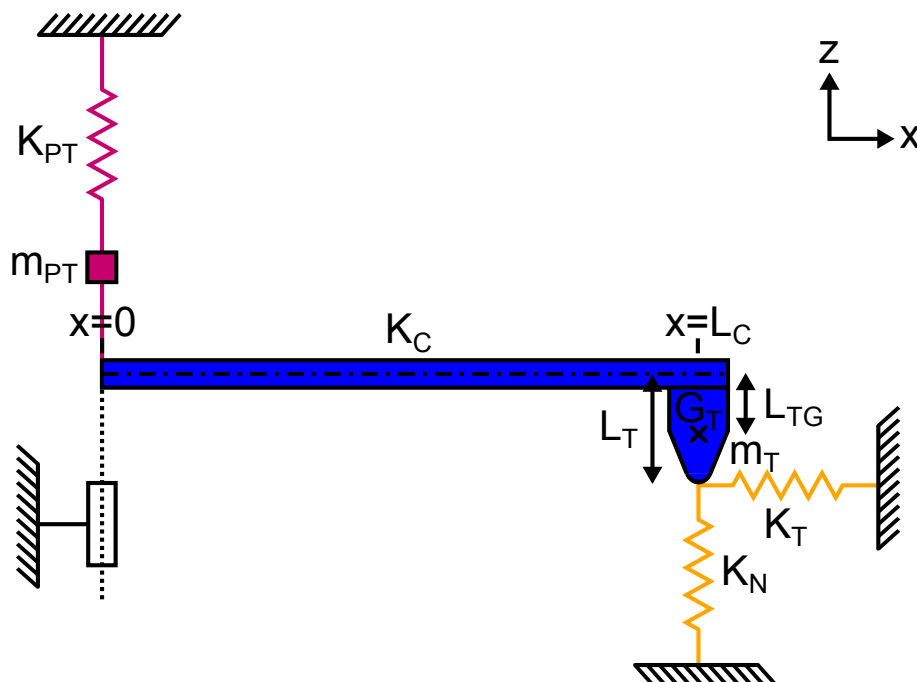


FIGURE 1.16 – Modélisation complète du capteur vibrant du SMM.

La première étape consiste à calculer la déformée modale du microlevier $z(x)$. La théorie des poutres d'Euler-Bernoulli va être utilisée sous les hypothèses suivantes :

- les centres de gravité des sections forment une courbe continue et dérivable. La courbe moyenne (fibre neutre) possède un grand rayon de courbure devant la longueur de la poutre,
- les sections droites restent perpendiculaires à la courbe moyenne,
- les dimensions des sections (largeur, épaisseur) sont petites devant la longueur de la courbe moyenne,
- le matériau qui constitue la poutre est homogène et isotrope.

Dans ce cas le microlevier est constitué de silicium, un matériau qui n'est pas isotrope. Néanmoins, le silicium est orienté dans la direction $\langle 100 \rangle$ qui est la direction principale (longueur) du microlevier ce qui permet de le considérer comme isotrope.

Partons de l'équation du mouvement pour une poutre vibrant en flexion :

$$E_C I_C \frac{\partial^4 z}{\partial x^4} + \rho_C A_C \frac{\partial^2 z}{\partial t^2} = 0 \quad (1.24)$$

avec : E_C le module de Young du microlevier en silicium (considéré comme isotrope), I_C le moment quadratique de la section A_C suivant l'axe Oz et ρ_C sa masse volumique.

Section et moment quadratique s'expriment à partir des dimensions (épaisseur, largeur) du microlevier (voir Fig. 1.17) comme suit :

$$A_C = \frac{(b_{1c} + b_{2c}) h_C}{2} \quad (1.25)$$

$$I_C = \frac{(b_{1c} + b_{2c}) h_C^3}{24} \quad (1.26)$$

avec : b_{1c} et b_{2c} les largeurs des faces supérieure et inférieure du microlevier dont la section est considérée comme trapézoïdale (voir Fig. 1.17).

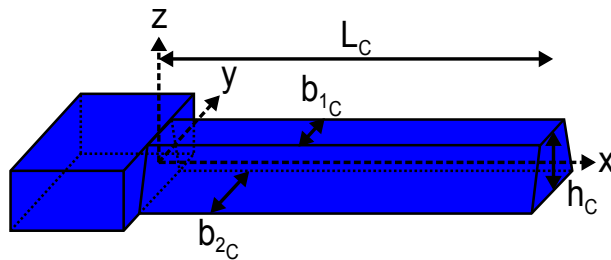


FIGURE 1.17 – Forme du microlevier du SMM.

Pour la résolution de l'équation (1.24), la solution générale est choisie sous la forme suivante :

$$z(x, t) = z_0 [C_1 C^+(x) + C_2 C^-(x) + C_3 S^+(x) + C_4 S^-(x)] e^{j\omega t} \quad (1.27)$$

avec :

$$\begin{aligned} C^+(x) &= \cos\left(\frac{\mu}{L_C} x\right) + \cosh\left(\frac{\mu}{L_C} x\right) ; & C^-(x) &= \cos\left(\frac{\mu}{L_C} x\right) - \cosh\left(\frac{\mu}{L_C} x\right) \\ S^+(x) &= \sin\left(\frac{\mu}{L_C} x\right) + \sinh\left(\frac{\mu}{L_C} x\right) ; & S^-(x) &= \sin\left(\frac{\mu}{L_C} x\right) - \sinh\left(\frac{\mu}{L_C} x\right) \end{aligned} \quad (1.28)$$

et

$$\omega = 2\pi f = \sqrt{\frac{\mu^4 E_C I_C}{\rho_C A_C L_C^4}} ; \quad \mu = \sqrt[4]{\frac{4\pi^2 f^2 \rho_C A_C L_C^4}{E_C I_C}} \quad (1.29)$$

L_C étant la longueur de la poutre et f la fréquence d'excitation.

Il reste à déterminer les 4 constantes C_1 à C_4 à l'aide des conditions aux limites issues de la modélisation du contact et du bimorphe (voir 1.2.3.2.1 et 1.2.3.2.2).

Conditions aux limites en $x = 0$:

1^{re} condition : la rotation est nulle à la liaison avec la céramique piézoélectrique.

$$\left(\frac{\partial z}{\partial x}\right)_{x=0} = 0 \quad (1.30)$$

2^e condition : la force de cisaillement est égale à la force de rappel d'interaction bimorphe/microlevier (K_{PT}) additionnée à l'effort issu du principe fondamental de la dynamique appliqué à la liaison avec la céramique piézoélectrique.

$$E_C I_C \left(\frac{\partial^3 z}{\partial x^3}\right)_{x=0} = K_{PT} z(0, t) + m_{PT} \left(\frac{\partial^2 z}{\partial t^2}\right)_{x=0} \quad (1.31)$$

Conditions aux limites en $x = L_C$:

3^e condition : le moment fléchissant est égal au moment exercé par le ressort de contact tangentiel (K_T) additionné au moment issu du principe fondamental de la dynamique appliqué à la pointe. Le moment d'inertie de la pointe est négligé.

$$E_C I_C \left(\frac{\partial^2 z}{\partial x^2}\right)_{x=L_C} = -K_T L_T z(L_C, t) + m_T \frac{L_{TG}^2}{L_T} \left(\frac{\partial^2 z}{\partial t^2}\right)_{x=L_C} \quad (1.32)$$

avec : L_C la longueur du microlevier et L_{TG} la distance (suivant l'axe z) entre la fibre neutre du microlevier et le centre d'inertie de la pointe G_T (voir Fig. 1.15).

4^e condition : la force de cisaillement est égale à la force de rappel d'interaction de contact (K_N) additionnée à l'effort issu du principe fondamental de la dynamique appliqué à la pointe.

$$E_C I_C \left(\frac{\partial^3 z}{\partial x^3} \right)_{x=L_C} = K_N z(L_C, t) - m_T \left(\frac{\partial^2 z}{\partial t^2} \right)_{x=L_C} \quad (1.33)$$

Pour la suite et pour alléger la notation, posons les paramètres suivants :
Paramètres de modélisation :

$$\begin{aligned} m_0 &= \frac{\rho_C A_C L_C^4}{E_C I_C} ; & m_1 &= \frac{m_T}{\rho_C A_C L_C} ; & m_2 &= \frac{L_C}{L_{TG}} \\ m_3 &= \frac{\sqrt{6} L_T}{L_{TG}} ; & m_4 &= \frac{K_{PT}}{\rho_C A_C L_C} ; & m_5 &= \frac{m_{PT}}{\rho_C A_C L_C} \end{aligned} \quad (1.34)$$

Paramètres constitutifs :

$$X = \frac{K_N}{K_C} = \frac{L_C^3 \sqrt[3]{6(-F_0)r_T \left(\frac{E_S}{1-\nu_S^2} \right)^2}}{3E_C I_C} ; \quad Z = \frac{K_T}{2K_N} = \frac{1-\nu_S}{2-\nu_S} \quad (1.35)$$

avec : $K_C = \frac{3E_C I_C}{L_C^3}$ la raideur du microlevier.

A l'aide de l'équation du mouvement (1.24), de la solution choisie (1.27) et des conditions aux limites (1.30), (1.31), (1.32), (1.33), il est possible d'établir une condition de résonance telle que les constantes C_1 à C_4 soient non nulles :

$$\begin{vmatrix} 0 & 0 & 1 & 0 \\ \theta & 0 & 0 & 1 \\ [C^-(L) + \tau S^-(L)] & [C^+(L) + \tau S^+(L)] & [S^-(L) - \tau C^+(L)] & [S^+(L) - \tau C^-(L)] \\ [S^+(L) - \zeta C^+(L)] & [S^-(L) - \zeta C^-(L)] & -[C^-(L) + \zeta S^+(L)] & -[C^+(L) + \zeta S^-(L)] \end{vmatrix} = 0 \quad (1.36)$$

avec :

$$\zeta = \frac{3X - m_1 \mu^4}{\mu^3} ; \quad \tau = \frac{XZ m_3^2 - m_1 \mu^4}{\mu m_2^2} ; \quad \theta = \frac{m_0 m_4}{\mu^3} - m_5 \mu ; \quad \mu = \sqrt[4]{4\pi^2 f^2 m_0} \quad (1.37)$$

Par la suite et pour alléger la notation, la condition de résonance (1.36) est écrite sous la forme suivante :

$$\mathcal{M}(f, m_0, m_1, m_2, m_3, m_4, m_5, X, Z) = 0 \quad (1.38)$$

1.2.3.3/ RÉOLUTION DU PROBLÈME

Selon les grandeurs recherchées : fréquences de résonance et déformée ou propriétés élastiques de l'échantillon, il faut résoudre le problème direct ou inverse.

1.2.3.3.1/ PROBLÈME DIRECT

Dans le cas du problème direct, les propriétés élastiques de l'échantillon (E_S et ν_S), la distance d'appui z et les paramètres de modélisation (m_0 à m_5) sont connus. Cela permet de retrouver la force d'appui F_0 , à l'aide de la théorie du contact de Hertz et de z , et donc les paramètres constitutifs (X et Z). Il est alors possible de trouver numériquement les valeurs de μ qui respectent la condition de résonance et donc les fréquences f des modes de flexion du capteur vibrant et leurs déformées modales.

1.2.3.3.2/ PROBLÈME INVERSE

Dans le cas du problème inverse, la fréquence f d'un mode de flexion du capteur vibrant et la distance d'appui z (mesures expérimentales) sont connues. Il est alors possible d'identifier numériquement les valeurs du paramètre constitutif X (Z étant supposé connu) et donc la force d'appui F_0 et le module réduit de l'échantillon (E_S^*), à l'aide de la théorie du contact de Hertz.

1.2.4/ INVESTIGATION SUBSURFACIQUE

Avant de servir à la mesure quantitative des propriétés élastiques, le SMM a été utilisé de manière qualitative pour faire de l'investigation subsurfacique [34]-[36]. Cette application est présentée ici pour mettre en évidence la sensibilité du système à l'élasticité du matériau qui est balayé. La présence d'un défaut subsurfacique engendre une modification de la rigidité de l'échantillon, ce qui modifie les fréquences de résonance du microlevier. Les images d'investigation subsurfacique sont faites en balayant la surface de l'échantillon et en mesurant en chaque point la fréquence de résonance du premier mode du microlevier. Ceci est identique à l'AFAM utilisé en microscopie à force atomique [13]-[14].

Le premier exemple (Fig. 1.18) est celui d'un fil de tungstène inséré dans un bloc de duralumin, le tungstène ayant un module de Young plus élevé que le duralumin ($E_W = 406 \text{ GPa}$ et $E_{AU4G} = 75 \text{ GPa}$). Lorsque la zone au dessus du fil est balayée, la fréquence du premier mode est modifiée à la hausse, ce qui se traduit par une nuance de gris plus claire sur l'image en fréquence (Fig. 1.18(b)).

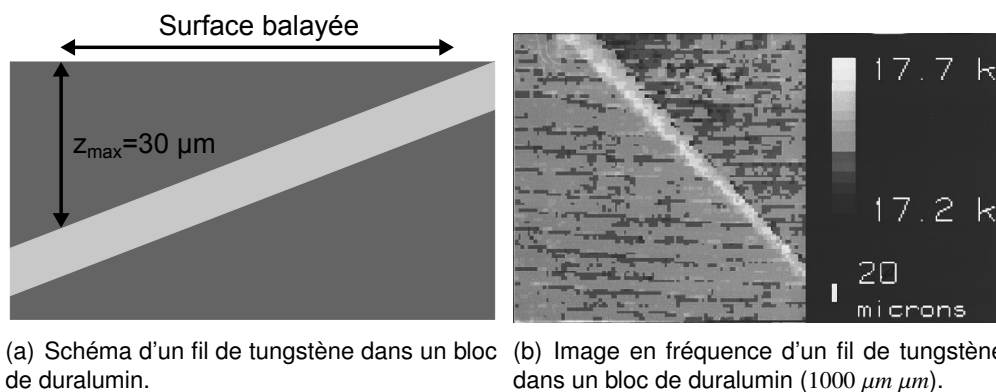


FIGURE 1.18 – Exemple d'investigation subsurfacique d'un fil de tungstène dans un bloc de duralumin [34].

Le second exemple (Fig. 1.19) est celui d'un réseau de silicium enterré, les défauts de matière sous la surface rendent l'échantillon plus souple à ces endroits. Lorsque la zone balayée se trouve au dessus des défauts de matière la fréquence du premier mode est modifiée à la baisse, ce qui se traduit par une nuance de gris plus foncée sur l'image en fréquence (Fig. 1.19(b)).

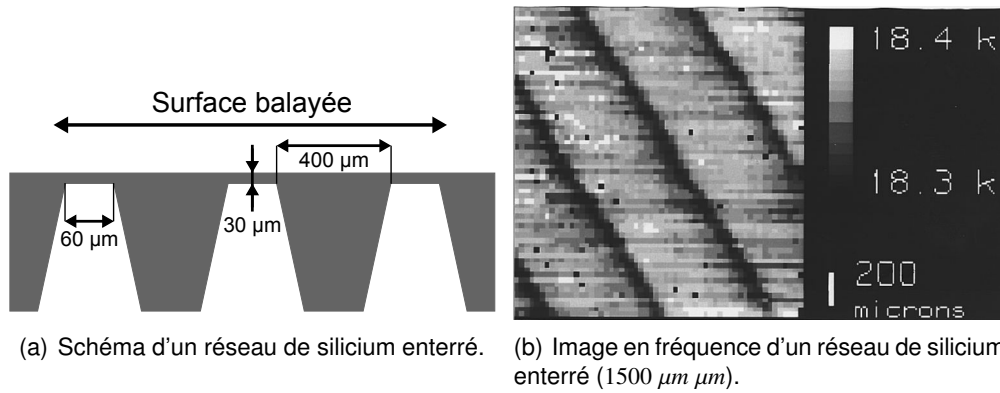


FIGURE 1.19 – Exemple d'investigation subsurfacique d'un réseau de silicium enterré [34].

1.2.5/ IDENTIFICATION DU MODULE RÉDUIT À PARTIR DU PREMIER MODE

Cette partie est consacrée à l'identification expérimentale du module réduit E_S^* du matériau testé, à partir de la première fréquence de résonance du capteur vibrant. Cette procédure consiste à identifier le paramètre constitutif $X(E_S^*)$ et ainsi le module réduit du matériau à partir de(s) fréquence(s) de résonance « en contact », à ν_S et donc $Z(\nu)$ fixés.

1.2.5.1/ THÉORIE

Cette procédure d'identification nécessite la mesure du premier mode du capteur vibrant « en contact » avec le matériau testé ($f_{contact}$) et des valeurs nominales pour les paramètres X et Z , obtenues en supposant connues les constantes élastiques de l'échantillon testé, et pour les paramètres m_0, m_1, m_2, m_3, m_4 et m_5 . L'identification va consister à minimiser la condition de résonance \mathcal{M} (voir les équations (1.36) et (1.38)) pour la fréquence $f_{contact}$ par rapport au paramètre X qui contient le module réduit E_S^* . La valeur du coefficient de Poisson ν_S de l'échantillon testé est imposée, imposant ainsi le paramètre Z . Les paramètres m_0, m_1, m_2, m_3, m_4 et m_5 sont fixés à leurs valeurs nominales. Commençons par réécrire la condition de résonance sous la forme suivante :

$$\mathcal{M}_{contact}(f_{contact}, m_0, m_1, m_2, m_3, m_4, m_5, X, Z) = \vec{0} \quad (1.39)$$

avec : $\mathcal{M}_{contact}$ un scalaire puisqu'une seule fréquence de résonance $f_{contact}$ est utilisée.

Pour identifier le paramètre X , il faut définir le résidu $\xi_{contact_0}^2$ et le minimiser par rapport à X à l'aide de la fonction « fminbnd » de MATLAB ® utilisant la méthode du nombre d'or avec une interpolation parabolique [32]-[33] :

$$\begin{aligned}\xi_{contact_0}^2(f_{contact}, m_0, m_1, m_2, m_3, m_4, m_5, \tilde{X}, Z) &= \min_X \|\mathcal{M}_{contact}(f_{contact}, m_0, m_1, m_2, m_3, m_4, m_5, X, Z)\|^2 \\ &= \left\| \mathcal{M}_{contact}(f_{contact}, m_0, m_1, m_2, m_3, m_4, m_5, \tilde{X}, Z) \right\|^2\end{aligned}\quad (1.40)$$

Après minimisation de $\xi_{contact_0}^2$, il ressort la valeur optimale \tilde{X} et donc le module réduit de l'échantillon testé E_S^* (le coefficient de Poisson ν_S étant déjà fixé, il s'agit en fait de la valeur du module de Young E_S).

A noter qu'il est possible de faire la minimisation pour différentes valeurs de ν_S et ainsi tracer l'évolution du module de Young E_S en fonction du coefficient de Poisson ν_S . La robustesse de cette méthode est mise à mal par la non identification des paramètres m_0 à m_5 et le fait que le paramètre Z est imposé. Mais ne disposant que d'un mode pour l'identification, il n'est pas possible d'identifier de manière unique les 7 paramètres (m_0 , m_1 , m_2 , m_3 , m_4 , m_5 , X et Z).

1.2.5.2/ EXEMPLES

Le tableau 1.2 présente les résultats de mesures de modules réduits avec le SMM [22] obtenus avec la méthode précédemment présentée, en utilisant la fréquence de résonance du premier mode du capteur. Ces mesures sont effectuées sur des échantillons de silicium (110) et de silice et donnent des résultats avec moins de 10% d'erreur par rapport aux valeurs connues, ce qui valide la méthode.

Modules réduits mesurés avec le SMM			
Matériau	Module réduit mesuré	Module réduit théorique	Erreur
Silicium (110)	$E_{S<110>}^* = 176 \text{ GPa}$	$E_{S<110>}^* = 170 \text{ GPa}$	+3,5%
Silice SiO ₂	$E_S^* = 80,9 \text{ GPa}$	$E_S^* = 74,0 \text{ GPa}$	+9,3%

TABLE 1.2 – Modules réduits mesurés avec le SMM [22].

1.2.5.3/ SENSIBILITÉ DU PREMIER MODE

Une étude a précédemment été menée [25]-[20] afin de connaître l'évolution de la sensibilité sur le premier mode de flexion du capteur vibrant en fonction du module d'élasticité E_S supposé du matériau à tester et de la longueur du microlevier L_C . Grâce à cette étude, il est possible de choisir la longueur du microlevier à utiliser selon l'ordre de grandeur du module de Young du matériau à tester pour avoir un maximum de sensibilité sur le premier mode de flexion du capteur vibrant, comme le fait apparaître la figure 1.20. Le paramètre choisi pour la sensibilité normalisée $S_N = \frac{\partial f_{contact}}{\partial E_S} \cdot \frac{E_S}{f_{contact}}$ est approprié à la situation car il prend en compte le module de Young de l'échantillon et la fréquence du premier mode. Il représente ainsi un moyen efficace d'estimer la capacité du premier mode de vibration à distinguer des modules de Young proches.

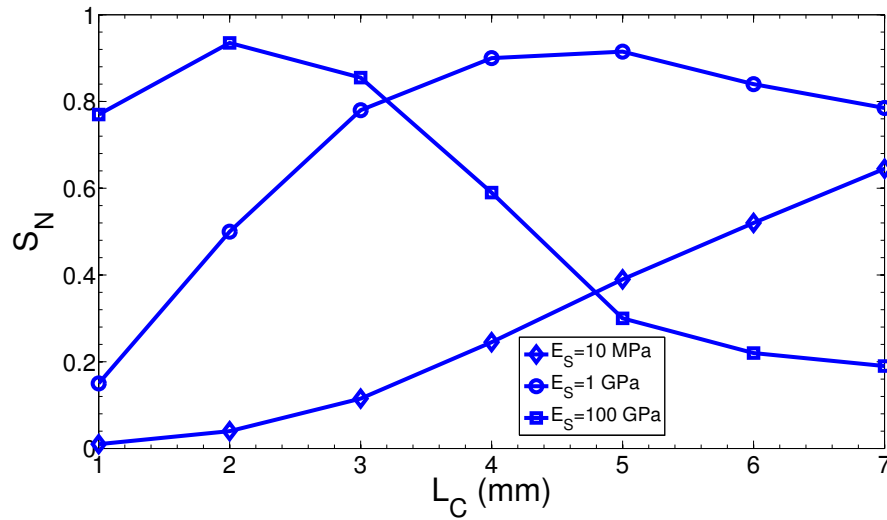


FIGURE 1.20 – Sensibilité normalisée $S_N = \frac{\partial f_{\text{contact}}}{\partial E_S} \cdot \frac{E_S}{f_{\text{contact}}}$ du premier mode de flexion du capteur (pour un microlevier de $400 \mu\text{m}$ de large et $150 \mu\text{m}$ d'épaisseur et une force d'appui $F_0 = 0,5 \text{ mN}$) en fonction de la longueur du microlevier L_C pour différents modules de Young E_S [20].

1.2.6/ IDENTIFICATION DES PARAMÈTRES ÉLASTIQUES À PARTIR DES 2 PREMIERS MODES

Cette partie est consacrée à l'identification expérimentale des paramètres élastiques E_S et ν_S du matériau testé à partir de la première et de la deuxième fréquence de résonance du capteur vibrant.

1.2.6.1/ SENSIBILITÉS DES DIFFÉRENTS MODES AUX PROPRIÉTÉS ÉLASTIQUES

En utilisant la procédure d'identification précédemment exposée (voir partie 1.2.5.1), il est possible d'identifier le module réduit d'un matériau à coefficient de Poisson fixé, à partir d'un mode du résonateur. Il est alors tout à fait possible d'identifier le module réduit $E_S^* = \frac{E_S}{1-\nu_S^2}$ pour différentes valeurs du coefficient de Poisson et ainsi de tracer l'évolution du module de Young E_S en fonction coefficient de Poisson ν_S . La figure 1.21 présente l'évolution du module de Young E_S d'un film mince de SU-8 en fonction du coefficient de Poisson ν_S pour les 2 premiers modes du résonateur. Les deux relations obtenues pour le mode 1 et le mode 2 sont différentes, les modes n'ayant pas la même sensibilité aux propriétés élastiques. Il est possible d'extraire les valeurs des constantes élastiques du matériau qui correspondent à l'intersection des deux courbes.

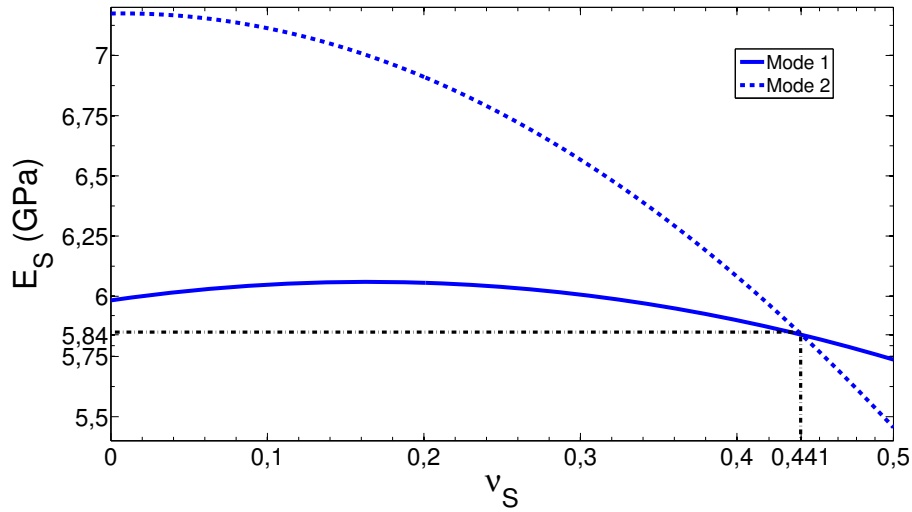


FIGURE 1.21 – Module de Young E_S d'un film mince de SU-8 en fonction du coefficient de Poisson ν_S mesuré pour les 2 premiers modes du SMM [20].

1.2.6.2/ MÉTHODE DE DÉCOUPLAGE AVEC 2 MODES

La procédure précédente permet d'obtenir les valeurs des constantes élastiques en exploitant la différence de sensibilité des modes aux propriétés élastiques, mais elle ne permet pas d'obtenir une mesure découplée de ces propriétés. La nouvelle procédure proposée va permettre d'identifier les constantes élastiques, à partir des 2 premiers modes du résonateur. Elle nécessite la mesure des 2 premiers modes du capteur vibrant « en contact » avec le matériau testé et des valeurs nominales pour les paramètres X et Z , obtenues en supposant connues les constantes élastiques de l'échantillon testé. L'identification va consister à minimiser la condition de résonance \mathcal{M} (voir les équations (1.36) et (1.38)) pour les fréquences $f_{contact}$ par rapport aux paramètres X et Z . La valeur initiale de X est calculée à partir des valeurs supposées de E_S et ν_S et la tolérance tol_X sur cette valeur est prise égale à $\pm 50\%$ pour ne pas trop contraindre la minimisation. Les paramètres m_0, m_1, m_2, m_3, m_4 et m_5 sont fixés à leurs valeurs nominales. La procédure d'identification est décrite par le schéma de la figure 1.22. Commençons par réécrire la condition de résonance sous la forme suivante :

$$\mathcal{M}_{contact}(f_{contact}, m_0, m_1, m_2, m_3, m_4, m_5, X, Z) = \vec{0} \quad (1.41)$$

avec : $\mathcal{M}_{contact}$ un vecteur à 2 composantes comme le nombre de fréquences de résonance $f_{contact}$ utilisées.

La condition de résonance est linéaire par rapport au paramètre Z et se réécrit sous la forme suivante :

$$\mathcal{M}_{contact}(f_{contact}, m_0, m_1, m_2, m_3, m_4, m_5, X, Z) = E_1(f_{contact}, m_0, m_1, m_2, m_3, m_4, m_5, X) Z + E_2(f_{contact}, m_0, m_1, m_2, m_3, m_4, m_5, X) \quad (1.42)$$

avec : E_1 et E_2 des vecteurs à 2 composantes données par les équations (A.30) et (A.31) (en considérant pour les notations que $\mathcal{R}_{contact} = \mathcal{M}_{contact}$, $p_i = m_i$ et $p_6 = p_7 = p_8 = p_9 = 0$). La valeur optimale Z minimise le résidu $\xi_{contact_0_2}^2$:

$$\begin{aligned} \xi_{contact_0_2}^2(f_{contact}, X, \tilde{Z}) &= \min_Z \|\mathcal{M}_{contact}(f_{contact}, m_0, m_1, m_2, m_3, m_4, m_5, X, Z)\|^2 \\ &= \left\| \mathcal{M}_{contact}(f_{contact}, m_0, m_1, m_2, m_3, m_4, m_5, X, \tilde{Z}) \right\|^2 \end{aligned} \quad (1.43)$$

La valeur optimale \tilde{Z} est obtenue par la résolution du système d'équations linéaires et la solution s'écrit :

$$\tilde{Z} = -\left({}^tE_1.E_1\right)^{-1} \cdot \left({}^tE_1.E_2\right) \quad (1.44)$$

Le système linéaire est surdéterminé et peut être résolu grâce à la stationnarité de la condition de résonance, la valeur de $\xi_{contact_0_2}^2$ est alors non nulle. Si $\tilde{Z} < \frac{1}{3}$ ou $\tilde{Z} > \frac{1}{2}$, la valeur nominale ou obtenue à l'itération précédente est conservée (voir Fig. 1.22).

Le résidu $\xi_{contact_1_2}^2$ est défini et minimisé par rapport à X à \tilde{Z} fixé, à l'aide de la fonction « fminbnd » de MATLAB ® utilisant la méthode du nombre d'or avec une interpolation parabolique [32]-[33] :

$$\begin{aligned} \xi_{contact_1_2}^2(f_{contact}, m_0, m_1, m_2, m_3, m_4, m_5, \tilde{X}, \tilde{Z}) &= \min_X \left\| \mathcal{M}_{contact}(f_{contact}, m_0, m_1, m_2, m_3, m_4, m_5, X, \tilde{Z}) \right\|^2 \\ &= \left\| \mathcal{M}_{contact}(f_{contact}, m_0, m_1, m_2, m_3, m_4, m_5, \tilde{X}, \tilde{Z}) \right\|^2 \end{aligned} \quad (1.45)$$

Ainsi sont obtenues les valeurs optimales \tilde{X} et \tilde{Z} et donc le module de Young E_S et le coefficient de Poisson ν_S de l'échantillon testé.

A titre d'exemple cette procédure a été appliquée au cas du SU-8, les valeurs obtenues sont : 6,15 GPa pour le module de Young et 0,38 pour le coefficient de Poisson [35]. Ces valeurs sont comparables à celles qui avaient été extraites par la procédure d'identification du module réduit, à partir du premier puis du deuxième mode (voir Fig. 1.21) : 5,84 GPa pour le module de Young et 0,44 pour le coefficient de Poisson.

La robustesse de cette méthode est mise à mal par la non identification des paramètres m_0 à m_5 mais elle est plus robuste que la précédente car cette fois Z n'est pas imposé mais identifié avec X . Ne disposant que de deux modes pour l'identification, il n'est toujours pas possible d'identifier de manière unique les 7 paramètres ($m_0, m_1, m_2, m_3, m_4, m_5, X$ et Z). C'est à partir de ce constat qu'apparaît la nécessité de développer une exploitation multimodale du SMM, en utilisant $n > 2$ modes « en contact » pour l'identification des propriétés élastiques découplées, la méthode va gagner en robustesse. De plus, il est possible de mettre en place une procédure d'identification des paramètres de modélisation m_0 à m_5 , à partir de $n > 2$ modes « à vide » (sans contact) du résonateur qui va permettre de gagner également en robustesse.

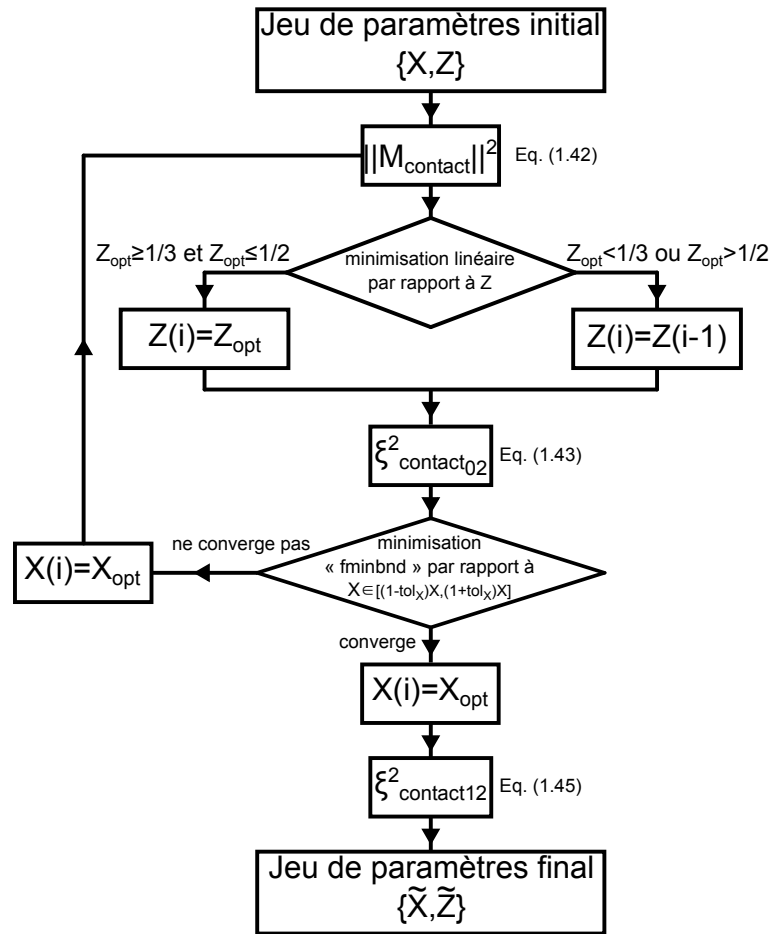


FIGURE 1.22 – Schéma de l’algorithme d’identification des constantes élastiques à partir de 2 fréquences de résonance « en contact ».

1.3/ SCANNING MICRODEFORMATION MICROSCOPE MULTIMODE

Cette partie est consacrée à l'utilisation de plusieurs modes du résonateur pour identifier les paramètres élastiques du matériau testé. Dans un premier temps, l'enrichissement du modèle nécessaire pour l'approche multimodale est justifié puis décrit, ainsi que la nouvelle modélisation qui en découle. Par la suite, les procédures d'identification des paramètres du résonateur et des constantes élastiques sont présentées. Pour terminer, le nouveau modèle et les procédures d'identification sont appliquées à un exemple concret de caractérisation mécanique élastique servant à valider la méthode. Ensuite, deux exemples sur des matériaux polymères à comportement plus complexe sont exposés.

1.3.1/ JUSTIFICATION DE L'ENRICHISSEMENT DU MODÈLE

Pour justifier la nécessité d'enrichir le modèle, la procédure d'identification expérimentale des paramètres du modèle de « base » à partir de $n > 2$ fréquences de résonance « à vide » est présentée.

1.3.1.1/ IDENTIFICATION EXPÉRIMENTALE DES PARAMÈTRES DE MODÉLISATION DU CAPTEUR VIBRANT À PARTIR DE FRÉQUENCES DE RÉSONANCE « À VIDE »

La première étape nécessite la mesure des $n \geq 2$ premiers modes du capteur vibrant « à vide » (f_{libre}) et des valeurs nominales obtenues par des mesures géométriques de la pointe et du microlevier pour les paramètres m_0 , m_1 et m_2 . L'identification va consister à minimiser la condition de résonance \mathcal{M} (voir les équations (1.36) et (1.38)) pour les fréquences f_{libre} par rapport aux paramètres m_0 , m_1 , m_2 , m_4 et m_5 . La procédure d'identification est décrite par les schémas des figures 1.23 et 1.24.

Commençons par réécrire la condition de résonance sous la forme appropriée ($X = 0$, Z apparait uniquement associé à X donc $XZ = 0$) :

$$\mathcal{M}_{libre}(f_{libre}, m_0, m_1, m_2, m_4, m_5) = \vec{0} \quad (1.46)$$

avec : \mathcal{M}_{libre} un vecteur à $n \geq 2$ composantes comme le nombre de fréquences de résonance f_{libre} utilisées.

L'Annexe A donne le développement complet de la condition de résonance (en considérant pour les notations que $\mathcal{R}_{libre} = \mathcal{M}_{libre}$, $p_i = m_i$ et $p_6 = p_7 = p_8 = 0$). L'équation (A.1) fait apparaitre la linéarité de la condition de résonance par rapport à m_4 et m_5 :

$$\begin{aligned} \mathcal{M}_{libre}(f_{libre}, m_0, m_1, m_2, m_4, m_5) = & B_1(f_{libre}, m_0, m_1, m_2) m_4 + B_2(f_{libre}, m_0, m_1, m_2) m_5 \\ & + B_3(f_{libre}, m_0, m_1, m_2) \end{aligned} \quad (1.47)$$

avec : B_1 , B_2 et B_3 des vecteurs à $n \geq 2$ composantes qui sont développés dans les équations (A.20), (A.21) et (A.22).

Il est alors possible de définir le résidu ξ_{libre0}^2 à minimiser et qui donne accès aux valeurs optimales de m_4 et m_5 :

$$\begin{aligned}\xi_{libre0}^2(f_{libre}, m_0, m_1, m_2, \tilde{m}_4, \tilde{m}_5) &= \min_{m_4, m_5} \|\mathcal{M}_{libre}(f_{libre}, m_0, m_1, m_2, m_4, m_5)\|^2 \\ &= \|\mathcal{M}_{libre}(f_{libre}, m_0, m_1, m_2, \tilde{m}_4, \tilde{m}_5)\|^2\end{aligned}\quad (1.48)$$

Les valeurs de m_0 , m_1 et m_2 étant fixées, il est possible d'obtenir les valeurs optimales \tilde{m}_4 et \tilde{m}_5 par résolution d'un système d'équations linéaires dont la solution est la suivante :

$$\begin{pmatrix} \tilde{m}_4 \\ \tilde{m}_5 \end{pmatrix} = -\left({}^t[B_1; B_2] \cdot [B_1; B_2]\right)^{-1} \cdot \left({}^t[B_1; B_2] \cdot B_3\right) \quad (1.49)$$

Si $n > 2$ le système linéaire est surdéterminé et peut être résolu grâce à la stationnarité de la condition de résonance, la valeur de ξ_{libre0}^2 est alors non nulle. Si $\tilde{m}_4 < 0$ ou $\tilde{m}_5 < 0$, les valeurs nominales ou obtenues à l'itération précédente sont conservées (voir Fig. 1.32). Ensuite, le résidu ξ_{libre1}^2 est minimisé par rapport à m_1 et m_2 (les autres paramètres étant fixés à leurs valeurs optimales ou nominale pour m_0), à l'aide de la méthode du gradient conjugué de Polak-Ribière [37]. Cela donne le résidu suivant :

$$\begin{aligned}\xi_{libre1}^2(f_{libre}, m_0, \tilde{m}_1, \tilde{m}_2, \tilde{m}_4, \tilde{m}_5) &= \min_{m_1, m_2} \xi_{libre0}^2(f_{libre}, m_0, m_1, m_2, \tilde{m}_4, \tilde{m}_5) \\ &= \|\mathcal{M}_{libre}(f_{libre}, m_0, \tilde{m}_1, \tilde{m}_2, \tilde{m}_4, \tilde{m}_5)\|^2\end{aligned}\quad (1.50)$$

La méthode du gradient conjugué est décrite par la figure 1.24, elle est itérative (indice j), ainsi si $\{m_1, m_2\}$ change il faut recommencer les étapes linéaires. Les tolérances tol_k sur les différents paramètres sont données dans le tableau 1.4. Les dérivées de ξ_{libre1}^2 par rapport aux paramètres sont calculées analytiquement à partir de l'équation complète de la condition de résonance « à vide » (A.1 avec $\mathcal{R}_{libre} = \mathcal{M}_{libre}$, $p_i = m_i$, $p_6 = p_7 = p_8 = 0$). Enfin, il reste à identifier le paramètre m_0 . Pour cela, le résidu ξ_{libre2}^2 est défini puis minimisé (\tilde{m}_1 , \tilde{m}_2 , \tilde{m}_4 et \tilde{m}_5 étant fixés) à l'aide de la fonction « fminbnd » de MATLAB® utilisant la méthode du nombre d'or avec une interpolation parabolique [32]-[33], les bornes de recherche du minimum sont obtenues à partir de la tolérance tol_{m_0} donnée dans le tableau 1.4 :

$$\begin{aligned}\xi_{libre2}^2(f_{libre}, \tilde{m}_0, \tilde{m}_1, \tilde{m}_2, \tilde{m}_4, \tilde{m}_5) &= \min_{m_0} \xi_{libre1}^2(f_{libre}, m_0, \tilde{m}_1, \tilde{m}_2, \tilde{m}_4, \tilde{m}_5) \\ &= \|\mathcal{M}_{libre}(f_{libre}, \tilde{m}_0, \tilde{m}_1, \tilde{m}_2, \tilde{m}_4, \tilde{m}_5)\|^2\end{aligned}\quad (1.51)$$

Au final, le minimum de ξ_{libre2}^2 est obtenu pour les valeurs optimales \tilde{m}_0 , \tilde{m}_1 , \tilde{m}_2 , \tilde{m}_4 et \tilde{m}_5 des différents paramètres du résonateur. A noter que le paramètre m_3 , lié à la pointe, n'est pas identifié car il n'est pas activé lors des mesures « à vide » (voir l'équation de la condition de résonance « en contact » (A.7) avec $\mathcal{R}_{contact} = \mathcal{M}_{contact}$, $p_i = m_i$, $X = 0$ et $p_6 = p_7 = p_8 = p_9 = 0$).

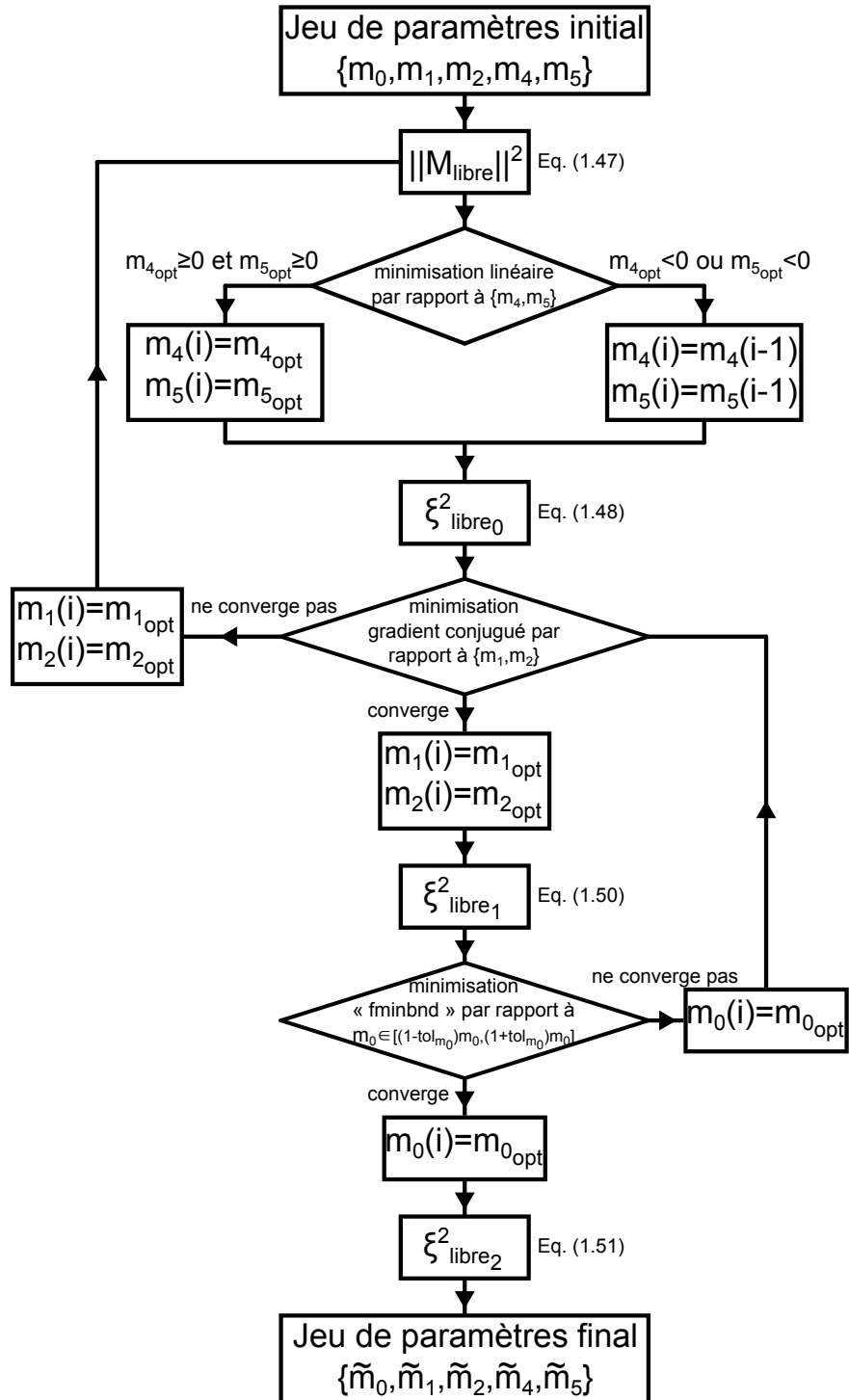


FIGURE 1.23 – Schéma de l’algorithme d’identification expérimentale des paramètres du résonateur à partir des fréquences de résonance « à vide ».

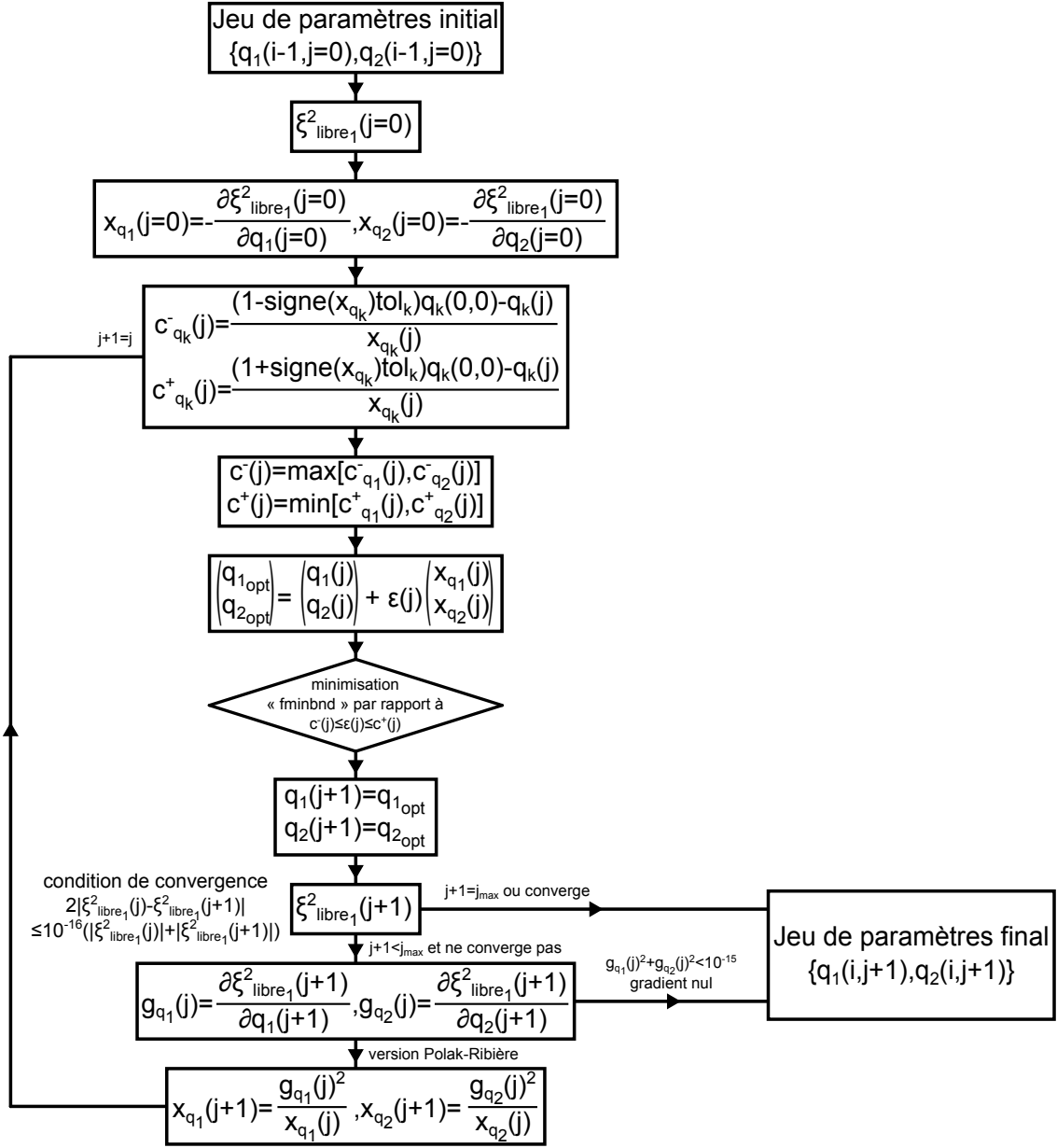


FIGURE 1.24 – Schéma de l'algorithme du gradient conjugué pour l'identification expérimentale des paramètres du résonateur à partir des fréquences de résonance « à vide ».

1.3.1.2/ APPLICATION AU RÉSONATEUR EXPÉRIMENTAL

Pour mettre en avant la nécessité d'enrichir le modèle, la procédure d'identification des paramètres du modèle de « base » à partir des fréquences de résonance « à vide » précédemment décrite est appliquée au résonateur expérimental. Pour ce faire les 6 premières fréquences de résonance « à vide » f_{libre} (voir Tab. 1.3) sont mesurées. Les valeurs nominales des paramètres m_0 , m_1 et m_2 sont obtenues à partir de mesures géométriques de la pointe et du microlevier (voir partie 1.2.1) et sont données dans le tableau 1.4. Le tableau précise également les tolérances sur les différents paramètres, elles sont calculées à partir des équations des m_i (voir Eq. 1.34) et des incertitudes sur les mesures géométriques.

Les tableaux 1.3 et 1.4 résument les résultats de l'identification des paramètres de la modélisation du résonateur à partir des fréquences de résonance « à vide ». Le tableau 1.3 montrent les valeurs des fréquences recalées et des résidus. Il apparaît que l'identification fonctionne parfaitement sur les 3 premiers modes, les fréquences recalées sont identiques aux fréquences mesurées et les résidus $\|\mathcal{R}_{libre}(f_{libre_i})\|^2$ sont très faibles. Par contre pour les modes 4 à 6 l'identification n'est pas valable, les valeurs des fréquences recalées sont de 4 à 22% supérieures à celles des fréquences mesurées. Les résidus $\|\mathcal{R}_{libre}(f_{libre_i})\|^2$ sont alors très élevés (le résidu n'est pas normé) et le résidu global $\xi_{libre_2}^2$ provient presque exclusivement du 6^e mode. Le tableau 1.4 donne les valeurs des paramètres identifiés, ces dernières restent dans les tolérances imposées sur les valeurs nominales bien que m_0 s'approche de la limite.

L'objectif est d'identifier les paramètres de modélisation du capteur vibrant à partir d'un maximum de fréquences de résonance « à vide », afin d'assurer l'unicité de l'identification. Ainsi, il est nécessaire d'enrichir le modèle afin de pouvoir recalculer les fréquences mesurées au-delà de la 3^e.

Fréquences libres et résidus obtenus par la procédure de calibration				
Mode	Fréquence mesurée	Fréquence recalée	$\ \mathcal{R}_{libre}(f_{libre_i})\ ^2$	$\xi_{libre_2}^2$
1	5410 Hz	5410 Hz	$3,70.10^{-21}$	$1,05.10^{16}$
2	38887 Hz	38887 Hz	$2,40.10^{-20}$	
3	49714 Hz	49714 Hz	$1,80.10^{-21}$	
4	108022 Hz	112191 Hz	$8,95.10^9$	
5	190802 Hz	212508 Hz	$4,14.10^{13}$	
6	274300 Hz	334615 Hz	$1,04.10^{16}$	

TABLE 1.3 – Fréquences libres et résidus obtenus par la procédure de calibration.

Paramètres obtenus par la procédure de calibration			
Paramètre	Valeur nominale	Valeur identifiée	Différence nominale-identifiée
m_0	$7,08.10^{-9} s^2 \pm 31\%$	$4,94.10^{-9} s^2$	-30,2%
m_1	$0,336 \pm 24\%$	0,285	-15,2%
m_2	$15,2 \pm 12\%$	18,6	+4,73%
m_4	$1.10^{12} s^{-2}$	$3,64.10^{12} s^{-2}$	
m_5	1.10^{-2}	37,5	

TABLE 1.4 – Paramètres obtenus par la procédure de calibration.

1.3.2/ ENRICHISSEMENT DU MODÈLE

Afin d'aborder l'utilisation multimodale du SMM, il est d'abord nécessaire d'enrichir le modèle pour y intégrer de nouveaux degrés de libertés se rapprochant des conditions expérimentales et permettant la modélisation du résonateur au-delà de son 3^e mode (jusqu'ici au mieux les 2 premiers modes étaient utilisés séparément [38] ou simultanément [35]). Il résulte de cet enrichissement un nouveau modèle du capteur vibrant du SMM qui est justifié puis détaillé dans cette partie.

1.3.2.1/ MOTIVATIONS DE L'ENRICHISSEMENT DU MODÈLE

Durant son développement le SMM a connu plusieurs évolutions dans sa modélisation (Fig. 1.25) afin d'améliorer sans cesse la robustesse de ses résultats. Le premier modèle [22] (Fig. 1.25(a)) mettait en jeu 3 raideurs (une pour le transducteur piézoélectrique bimorphe K_{PT} , une pour le microlevier K_C et une pour l'interaction normale de contact K_N) et la masse de la pointe m_T . Ce modèle permettait de remonter au module d'élasticité réduit de l'échantillon (E_S^*) à partir du 1^{er} mode de flexion du microlevier. Il considérait comme conditions aux limites à la liaison avec la céramique piézoélectrique ($x = 0$) : une rotation nulle (voir 1.30) et une force de cisaillement égale à la force de rappel d'interaction bimorphe/microlevier. À l'autre extrémité ($x = L_C$), il considérait : un moment fléchissant nul et une force de cisaillement égale à la force de rappel d'interaction normale de contact additionnée à l'effort issu du principe fondamental de la dynamique appliqué à la pointe (voir 1.33).

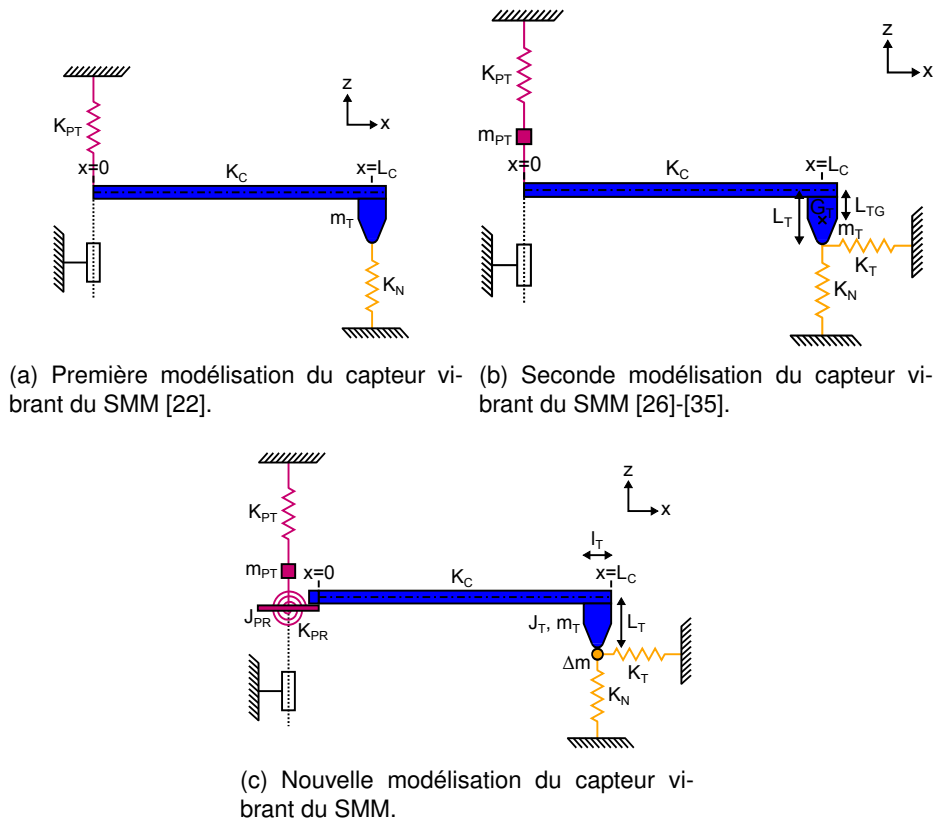


FIGURE 1.25 – Evolution du modèle du SMM.

Le dernier modèle en date [35] (Fig. 1.25(b)) ajoutait une masse pour le transducteur piézoélectrique bimorphe m_{PT} et une raideur pour l'interaction de contact tangentielle K_T . Ce modèle pouvait-être recalé sur les 2 premiers modes de flexion du capteur vibrant et permettait de remonter séparément au module de Young (E_S) et au coefficient de Poisson (ν_S) de l'échantillon. Ainsi, il s'ajoutait à la condition sur la force de cisaillement à la liaison avec la céramique piézoélectrique l'effort issu du principe fondamental de la dynamique appliquée à la liaison avec le bimorphe (voir 1.31). A l'autre extrémité, le moment fléchissant devenait égal au moment exercé par l'interaction tangentielle de contact additionné au moment issu du principe fondamental de la dynamique appliqué à la pointe (voir 1.32).

Le choix de s'orienter vers une approche multimodale (> 2 modes) demande d'augmenter le nombre de degrés de liberté du modèle afin de se rapprocher des conditions réelles du fonctionnement du capteur et pouvoir ainsi recaler les fréquences de résonance au-delà du 2^e mode de flexion. Ceci a conduit au développement d'un nouveau modèle (Fig. 1.25(c)). L'observation des déformées modales expérimentales du microlevier pour les modes « à vide » (sans contact) (Fig. 1.26 et 1.27) mesurées par interférométrie laser (MSA-500 Micro System Analyzer) permet d'identifier les pistes pour l'enrichissement du modèle.

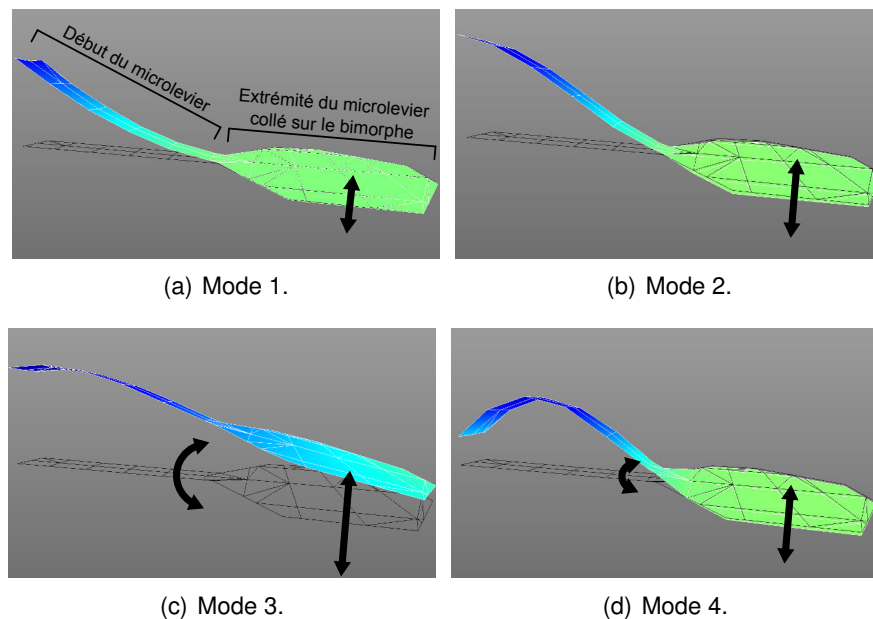


FIGURE 1.26 – Déformées expérimentales du microlevier « à vide » à la liaison avec la céramique piézoélectrique.

Les précédents modèles considéraient une rotation (autour de l'axe y) nulle à la liaison avec la céramique piézoélectrique. Cette hypothèse était valable sur les 2 premiers modes (Fig. 1.26(a) et 1.26(b)). Le transducteur piézoélectrique utilisé étant un bimorphe il fonctionne donc en flexion et l'hypothèse précédente devient fausse, particulièrement sur le 3^e mode (Fig. 1.26(c)). Cette constatation a conduit à ajouter à la modélisation du piézoélectrique un ressort de torsion (K_{PR}) et un moment d'inertie (J_{PR}).

Précédemment la pointe était modélisée sous forme d'une masse ponctuelle (m_T) placée en son centre d'inertie (G_T). Les déformées modales au-delà du 2^e mode entraînant une plus grande rotation (autour de l'axe y) de la pointe (Fig. 1.27(c) et 1.27(d)), une modéli-

sation plus fine utilisant un moment d'inertie (J_T) devenait nécessaire. Ajoutons à cela le fait que le centre d'inertie de la pointe était considéré comme étant au bout du microlevier ($x = L_C, z = 0$). Dans la réalité, il se trouve un peu avant cette extrémité ($x = L_C - \frac{l_T}{2}, z = 0$) ce qui est maintenant pris en compte. En outre, l'utilisation du modèle pour l'identification des constantes élastiques à partir de $n > 2$ fréquences de résonance « en contact » a montré qu'il est nécessaire d'affiner la modélisation du contact par l'ajout d'une masse ponctuelle (Δm) placée à l'extrémité de la pointe ($x = L_C - \frac{l_T}{2}, z = -L_T$) et qui représente la masse d'échantillon sollicitée par la pointe. Cette masse est dépendante de la force d'appui, du rayon de la pointe et de la raideur du matériau testé.

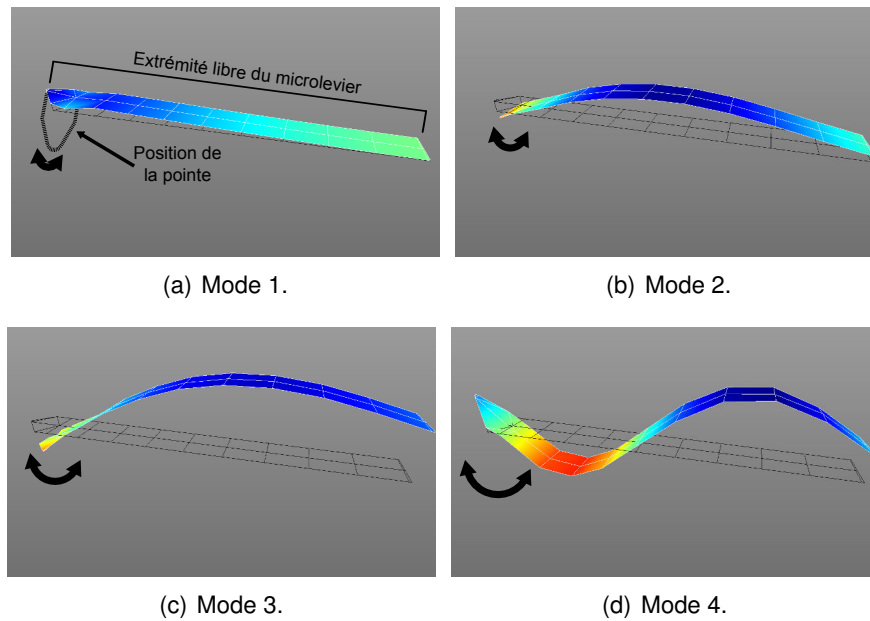


FIGURE 1.27 – Déformées expérimentales du microlevier « à vide » à l'extrémité libre.

1.3.2.2/ ENRICHISSEMENT DE L'INTERACTION DE CONTACT POINTE/ÉCHANTILLON

La nouveauté dans la modélisation du contact est la prise en compte de la masse d'échantillon entraînée par la pointe Δm , comme représentée sur la figure 1.28. Cette dernière semble nécessaire pour simuler le comportement du microlevier en contact de manière réaliste sur $n > 2$ modes.

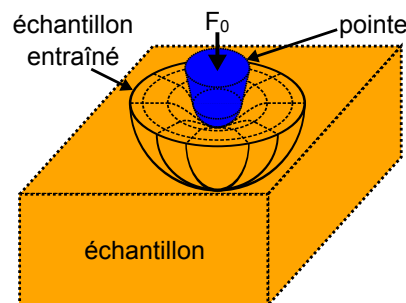


FIGURE 1.28 – Echantillon entraîné par la pointe.

Il s'agit d'une masse ponctuelle placée à l'extrémité de la pointe ($x = L_C - \frac{l_T}{2}, z = -L_T$) (voir Fig. 1.29) qui modélise la masse d'échantillon que la pointe entraîne dans son mouvement. De manière qualitative, il convient de considérer que cette masse doit augmenter avec la force appliquée F_0 et le rayon de la pointe r_T et diminuer avec la rigidité de l'échantillon E_S . Ainsi, il a été choisi d'estimer Δm à l'aide du rayon de contact a qui est une grandeur caractéristique du contact dépendante de F_0 , de r_T et de E_S (voir Eq. (1.7) et Fig. 1.14 et 1.13). L'échantillon étant considéré comme homogène, sa masse volumique ρ_S est constante. La masse d'échantillon entraînée par la pointe sera donc considérée comme proportionnelle au cube du rayon de contact qui est un volume caractéristique du contact.

$$\Delta m \propto \frac{1}{2} \frac{4}{3} \pi a (F_0, E_S)^3 \rho_S \quad (1.52)$$

Par exemple, pour un échantillon ayant un module réduit E_S^* de 6 GPa et une masse volumique ρ_S de 1200 kg.m⁻³, sous un effort F_0 de 0,1 mN avec une pointe de rayon r_T égal à 15 μm, la borne inférieure de la masse d'échantillon entraînée est $\Delta m \geq 4,71 \cdot 10^{-4}$ ng. En pratique, pour l'identification, la paramètre Δm prend la forme suivante :

$$\Delta m = \Delta m_0 + \Delta m_a a (F_0, E_S)^3 \quad (1.53)$$

Le paramètre Δm_a est proportionnel à la masse volumique de l'échantillon ρ_S et le paramètre Δm_0 est ajouté pour palier à une éventuelle erreur sur la valeur du chargement.

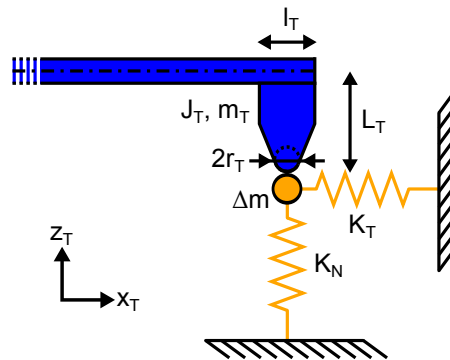


FIGURE 1.29 – Modélisation de la pointe du SMM en contact avec un échantillon.

1.3.2.3/ ENRICHISSEMENT DE L'INTERACTION BIMORPHE/MICROLEVIER

Jusqu'ici, la modélisation de la liaison entre la céramique piézoélectrique et le microlevier par un système masse/ressort était suffisante car seulement le premier ou les deux premiers modes de flexion du capteur étaient utilisés. Ces modes ne faisaient pas travailler la zone à la liaison avec la céramique piézoélectrique. Présentement, l'approche multimodale conduit à prendre en compte des modes du capteur issus du bimorphe. Ainsi, l'hypothèse d'une rotation nulle à la liaison n'est plus valable. Il devient donc important d'améliorer la modélisation afin de prendre en compte ces modes particuliers. Ils se caractérisent par une plus grande amplitude des vibrations à la base de la poutre, que ce

soit en translation mais aussi en rotation (voir Fig. 1.26(c)). Cette dernière était jusque là négligée (voir Fig. 1.26(a) et 1.26(b)).

Le nouveau modèle du bimorphe (Fig. 1.30) se compose d'un système masse/ressort (m_{PT}/K_{PT}) pour la partie translation et d'un moment d'inertie par rapport à l'axe z (J_{PR}) et d'une raideur angulaire (K_{PR}) pour la partie rotation. Avec cette modélisation le bimorphe exerce une force de rappel à la base du microlevier $F(x = 0) = -K_{PT}z(0)$ ainsi qu'un moment $M(x = 0) = -K_{PR}\left(\frac{\partial z}{\partial x}\right)_{x=0}$, avec $z(x)$ la déformée modale.

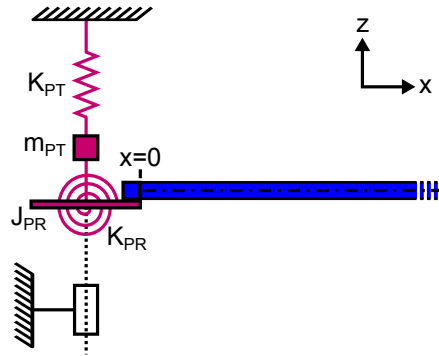


FIGURE 1.30 – Modélisation du transducteur piézoélectrique bimorphe du SMM.

1.3.2.4/ MODÉLISATION ENRICHIE COMPLÈTE DU CAPTEUR VIBRANT DU SMM

La modélisation ayant été enrichie il est maintenant nécessaire de réécrire les conditions aux limites du capteur vibrant, afin d'obtenir la nouvelle condition de résonance du système utilisée par la suite pour l'exploitation multimodale du SMM. Le nouveau modèle complet est décrit par la figure 1.31.

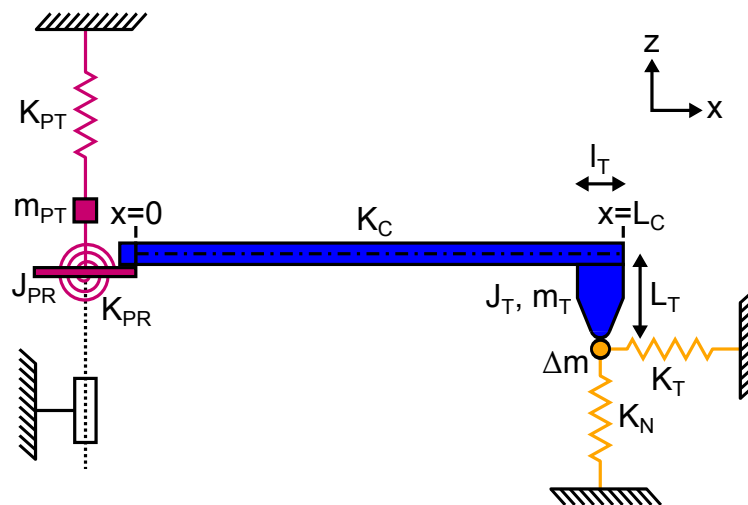


FIGURE 1.31 – Modélisation complète du capteur vibrant du SMM.

Comme précédemment, il faut partir de l'équation du mouvement d'une poutre vibrante en flexion (voir Eq. (1.24)). La forme de solution choisie reste la même qu'auparavant (voir Eq. (1.27)), il reste donc à déterminer les constantes C_1 à C_4 grâce aux nouvelles conditions aux limites.

Conditions aux limites en $x = 0$:

1^{re} condition : le moment fléchissant est égal au moment exercé par le ressort de torsion (K_{PR}) additionné au moment issu du principe fondamental de la dynamique appliqué à la liaison avec la céramique piézoélectrique.

$$E_C I_C \left(\frac{\partial^2 z}{\partial x^2} \right)_{x=0} = -K_{PR} \left(\frac{\partial z}{\partial x} \right)_{x=0} - J_{PR} \left(\frac{\partial^3 z}{\partial t^2 \partial x} \right)_{x=0} \quad (1.54)$$

2^e condition : cette condition est la seule qui reste inchangée par rapport au modèle précédent, la force de cisaillement est égale à la force de rappel d'interaction bimorphe/microlevier (K_{PT}) additionnée à l'effort issu du principe fondamental de la dynamique appliqué à la liaison avec la céramique piézoélectrique.

$$E_C I_C \left(\frac{\partial^3 z}{\partial x^3} \right)_{x=0} = K_{PT} z(0, t) + m_{PT} \left(\frac{\partial^2 z}{\partial t^2} \right)_{x=0} \quad (1.55)$$

Conditions aux limites en $x = L = L_c - \frac{l_T}{2}$:

3^e condition : le moment fléchissant est égal au moment exercé par le ressort de contact tangentiel (K_T) additionné au moment issu du principe fondamental de la dynamique appliqué à la pointe.

$$E_C I_C \left(\frac{\partial^2 z}{\partial x^2} \right)_{x=L} = -K_T L_T^2 \left(\frac{\partial z}{\partial x} \right)_{x=L} - (J_T + \Delta m L_T^2) \left(\frac{\partial^3 z}{\partial t^2 \partial x} \right)_{x=L} \quad (1.56)$$

4^e condition : la force de cisaillement est égale à la force de rappel d'interaction de contact (K_N) additionnée à l'effort issu du principe fondamental de la dynamique appliqué à la pointe.

$$E_C I_C \left(\frac{\partial^3 z}{\partial x^3} \right)_{x=L} = K_N z(L, t) + (m_T + \Delta m) \left(\frac{\partial^2 z}{\partial t^2} \right)_{x=L} \quad (1.57)$$

Pour alléger la notation, pour la suite, les paramètres suivants sont posés :

Paramètres de modélisation :

$$\begin{aligned} p_0 &= \frac{\rho_C A_C L_C^4}{E_C I_C} ; & p_1 &= \frac{m_T}{\rho_C A_C L_C} ; & p_2 &= L_C \sqrt{\frac{m_T}{J_T}} ; & p_3 &= L_T \sqrt{\frac{6m_T}{J_T}} ; & p_4 &= \frac{K_{PT}}{\rho_C A_C L_C} \\ p_5 &= \frac{m_{PT}}{\rho_C A_C L_C} ; & p_6 &= \frac{J_{PR}}{\rho_C A_C L_C^3} ; & p_7 &= \frac{K_{PR}}{\rho_C A_C L_C^3} ; & p_8 &= \frac{L}{L_C} ; & p_9 &= \frac{\Delta m}{m_T} \end{aligned} \quad (1.58)$$

En pratique le paramètre Δm se décompose en deux paramètres Δm_0 et Δm_a (voir Eq. (1.53)), il en est de même pour p_9 qui s'écrit :

$$p_9 = \frac{\Delta m_0}{m_T} + \frac{\Delta m_a a^3}{m_T} = p_{9_0} + p_{9_a} a^3 \quad (1.59)$$

Paramètres constitutifs :

$$X = \frac{K_N}{K_C} = \frac{\sqrt[3]{6(-F_0)r_T \left(\frac{E_S}{1-\nu_S^2}\right)^2}}{K_C} \quad ; \quad Z = \frac{K_T}{2K_N} = \frac{1-\nu_S}{2-\nu_S} \quad (1.60)$$

Par rapport à la modélisation précédente, $p_0 = t_0$, $p_1 = t_1$, $p_4 = t_4$, $p_5 = t_5$, p_2 et p_3 sont différents de t_2 et t_3 et quatre nouveaux paramètres sont introduits p_6 , p_7 , p_8 et p_9 .

En mêlant l'équation du mouvement (1.24), la solution choisie (1.27) et les conditions aux limites (1.54), (1.55), (1.56), (1.57), il est possible d'établir une condition de résonance analytique telle que les constantes C_1 à C_4 soient non nulles :

$$\begin{vmatrix} 0 & 1 & -\Sigma & 0 \\ \theta & 0 & 0 & 1 \\ [C^-(L) + \beta S^-(L)] & [C^+(L) + \beta S^+(L)] & [S^-(L) - \beta C^+(L)] & [S^+(L) - \beta C^-(L)] \\ [S^+(L) - \alpha C^+(L)] & [S^-(L) - \alpha C^-(L)] & -[C^-(L) + \alpha S^+(L)] & -[C^+(L) + \alpha S^-(L)] \end{vmatrix} = 0 \quad (1.61)$$

avec :

$$\begin{aligned} \alpha &= \frac{3X - p_1(1 - p_9)\mu^4}{\mu^3} \quad ; \quad \beta = \frac{6XZp_3^2 - p_1\mu^4(6 + p_9p_3^2)}{6\mu p_2^2} \\ \theta &= \frac{p_0p_4}{\mu^3} - p_5\mu \quad ; \quad \Sigma = \frac{p_0p_7}{\mu} - p_6\mu^3 \end{aligned} \quad (1.62)$$

et

$$\mu = \sqrt[4]{4\pi^2 f^2 p_0} \quad (1.63)$$

$C^+(x)$, $C^-(x)$, $S^+(x)$ et $S^-(x)$ sont données dans l'équation (1.28).

Pour simplifier, la condition de résonance (1.61) est écrite, par la suite, sous la forme suivante :

$$\mathcal{R}(f, p_0, p_1, p_2, p_3, p_4, p_5, p_6, p_7, p_8, p_9, X, Z) = 0 \quad (1.64)$$

En outre, elle est mise en forme (développement, factorisation) dans l'Annexe A.

1.3.3/ IDENTIFICATION EXPÉRIMENTALE DES PARAMÈTRES DU RÉSONATEUR À PARTIR DES FRÉQUENCES DE RÉSONANCE « À VIDE »

Cette partie est consacrée à la description de la procédure d'identification expérimentale des paramètres de modélisation du résonateur ($p_0, p_1, p_2, p_4, p_5, p_6, p_7$ et p_8) à partir d'un jeu de l fréquences de résonance « à vide » ($f_{libre_{cal}}$). Dans cette situation, les paramètres p_9 et X sont nuls car liés au contact avec l'échantillon. Les paramètres Z et p_3 n'apparaissent pas non plus puisque la pointe n'est pas en contact (voir Eq. (A.7)). L'identification consiste, à partir de valeurs initiales des paramètres, à minimiser un résidu créé à l'aide des conditions de résonance.

C'est à partir de cette étape que l'approche multimodale prend tout son intérêt. Il y a 8 paramètres à identifier et plus le nombre de modes libres utilisés est grand, plus il est sûr que l'identification mène à un 8-uplet solution unique et que cette solution s'approche le plus possible de l'expérience. L'idéal est d'avoir au moins autant de fréquences de résonance « à vide » que de paramètres à identifier. Dans les faits, plus la fréquence d'excitation est élevée, plus les modes sont difficiles à mesurer car leur amplitude va en diminuant (\sim quelques Å), ainsi l reste ici strictement inférieur à 8. En outre, plus le nombre de mode utilisé est grand, plus le modèle doit-être affiné pour correspondre le plus précisément possible à la réalité expérimentale et donc plus grand est le nombre de ses paramètres. Il faut donc trouver un compromis entre le nombre de paramètres et le nombre de modes.

La procédure d'identification commence par la recherche de valeurs nominales pour les différents paramètres et qui serviront de valeurs initiales pour la procédure de minimisation. Il est aisé, à partir de simples mesures géométriques du levier et de sa pointe (voir partie 1.2.1), d'obtenir des valeurs pour les paramètres p_0, p_1, p_2 et p_8 . Par contre, il n'est pas possible d'avoir des valeurs nominales pour les paramètres de modélisation du bimorphe (p_4, p_5, p_6 et p_7), leurs valeurs initiales sont choisies arbitrairement, sachant que la rigidité du bimorphe doit être grande et que son inertie est faible. La procédure d'identification est décrite par les schémas des figures 1.32 et 1.33.

Ensuite, il faut écrire à partir de l'équation (1.61) la condition de résonance « à vide » :

$$\mathcal{R}_{libre}(f_{libre_{cal}}, p_0, p_1, p_2, p_4, p_5, p_6, p_7, p_8) = \vec{0} \quad (1.65)$$

\mathcal{R}_{libre} est un vecteur à l composantes, l étant le nombre de fréquences de résonance « à vide » mesurées.

L'équation complète est donnée dans l'Annexe A (Eq. (A.1)). Il apparaît qu'elle est linéaire par rapport à un des couples de paramètres (p_4, p_5) ou (p_6, p_7), quand l'autre est fixé. Cette linéarité va être exploitée dans la procédure d'identification expérimentale des paramètres du résonateur.

Dans une première étape, tous les paramètres sont fixés à leurs valeurs nominales sauf p_6 et p_7 . La condition de résonance « à vide » est réécrite de manière à faire apparaître la linéarité par rapport à p_6 et p_7 :

$$\begin{aligned} \mathcal{R}_{libre}(f_{libre_{cal}}, p_0, p_1, p_2, p_4, p_5, p_6, p_7, p_8) = & A_1(f_{libre_{cal}}, p_0, p_1, p_2, p_4, p_5, p_8) p_6 \\ & + A_2(f_{libre_{cal}}, p_0, p_1, p_2, p_4, p_5, p_8) p_7 + A_3(f_{libre_{cal}}, p_0, p_1, p_2, p_4, p_5, p_8) \end{aligned} \quad (1.66)$$

avec : A_1, A_2 et A_3 des vecteurs de dimension l , leurs composantes sont données par les équations (A.16), (A.17) et (A.18).

Il est alors possible d'obtenir linéairement les valeurs optimales \tilde{p}_6 et \tilde{p}_7 qui minimisent le résidu $\eta_{libre_0}^2$:

$$\begin{aligned}\eta_{libre_0}^2(f_{libre_{cal}}, p_0, p_1, p_2, p_4, p_5, \tilde{p}_6, \tilde{p}_7, p_8) &= \min_{p_6, p_7} \left\| \mathcal{R}_{libre}(f_{libre_{cal}}, p_0, p_1, p_2, p_4, p_5, p_6, p_7, p_8) \right\|^2 \\ &= \left\| \mathcal{R}_{libre}(f_{libre_{cal}}, p_0, p_1, p_2, p_4, p_5, \tilde{p}_6, \tilde{p}_7, p_8) \right\|^2\end{aligned}\quad (1.67)$$

La résolution du système d'équations linéaires mène aux valeurs optimales \tilde{p}_6 et \tilde{p}_7 suivantes :

$$\begin{pmatrix} \tilde{p}_6 \\ \tilde{p}_7 \end{pmatrix} = - \left({}^t[A_1 \ A_2] \cdot [A_1 \ A_2] \right)^{-1} \cdot \left({}^t[A_1 \ A_2] \cdot A_3 \right) \quad (1.68)$$

Le résidu $\eta_{libre_0}^2$ n'existe que si l est au moins égal à 2. Si $l > 2$ alors le système linéaire est surdéterminé et peut être résolu grâce à la stationnarité de la condition de résonance, la valeur de $\eta_{libre_0}^2$ est alors non nulle. Si $\tilde{p}_6 < 0$ ou $\tilde{p}_7 < 0$, les valeurs nominales ou obtenues à l'itération précédente sont conservées (voir Fig. 1.32).

Dans une seconde étape, \tilde{p}_6 , \tilde{p}_7 et les autres paramètres sont fixés sauf p_4 et p_5 . La condition de résonance « à vide » est linéaire par rapport aux paramètres p_4 et p_5 , il est donc possible de la réécrire sous la forme suivante :

$$\begin{aligned}\mathcal{R}_{libre}(f_{libre_{cal}}, p_0, p_1, p_2, p_4, p_5, \tilde{p}_6, \tilde{p}_7, p_8) &= B_1(f_{libre_{cal}}, p_0, p_1, p_2, \tilde{p}_6, \tilde{p}_7, p_8) p_4 \\ &+ B_2(f_{libre_{cal}}, p_0, p_1, p_2, \tilde{p}_6, \tilde{p}_7, p_8) p_5 + B_3(f_{libre_{cal}}, p_0, p_1, p_2, \tilde{p}_6, \tilde{p}_7, p_8)\end{aligned}\quad (1.69)$$

avec : B_1 , B_2 et B_3 des vecteurs de dimension l dont les composantes sont données par les équations (A.20), (A.21) et (A.22).

Les valeurs optimales \tilde{p}_4 et \tilde{p}_5 minimisent le résidu $\eta_{libre_1}^2$:

$$\begin{aligned}\eta_{libre_1}^2(f_{libre_{cal}}, p_0, p_1, p_2, \tilde{p}_4, \tilde{p}_5, \tilde{p}_6, \tilde{p}_7, p_8) &= \min_{p_4, p_5} \left\| \mathcal{R}_{libre}(f_{libre_{cal}}, p_0, p_1, p_2, p_4, p_5, \tilde{p}_6, \tilde{p}_7, p_8) \right\|^2 \\ &= \left\| \mathcal{R}_{libre}(f_{libre_{cal}}, p_0, p_1, p_2, \tilde{p}_4, \tilde{p}_5, \tilde{p}_6, \tilde{p}_7, p_8) \right\|^2\end{aligned}\quad (1.70)$$

Ces valeurs optimales \tilde{p}_4 et \tilde{p}_5 sont obtenues en résolvant un système d'équations linéaires et similaire à (1.68) dont la solution s'écrit :

$$\begin{pmatrix} \tilde{p}_4 \\ \tilde{p}_5 \end{pmatrix} = - \left({}^t[B_1 \ B_2] \cdot [B_1 \ B_2] \right)^{-1} \cdot \left({}^t[B_1 \ B_2] \cdot B_3 \right) \quad (1.71)$$

Il faut que l soit au moins égal à 2, pour que le résidu $\eta_{libre_1}^2$ existe. Si $l > 2$, le système linéaire est surdéterminé et peut être résolu grâce à la stationnarité de la condition de résonance, la valeur de $\eta_{libre_1}^2$ est alors non nulle. Si $\tilde{p}_4 < 0$ ou $\tilde{p}_5 < 0$, les valeurs nominales ou obtenues à l'itération précédente sont conservées (voir Fig. 1.32).

Par la suite, le résidu $\eta_{libre_2}^2$ est minimisé, par rapport à p_1, p_2 et p_8 (les autres paramètres étant fixés à leurs valeurs optimales ou nominale pour p_0), à l'aide de la méthode du gradient conjugué de Polak-Ribière [37], cela donne le résidu suivant :

$$\begin{aligned}\eta_{libre_2}^2(f_{libre_{cal}}, p_0, \tilde{p}_1, \tilde{p}_2, \tilde{p}_4, \tilde{p}_5, \tilde{p}_6, \tilde{p}_7, \tilde{p}_8) &= \min_{p_1, p_2, p_8} \eta_{libre_1}^2(f_{libre_{cal}}, p_0, p_1, p_2, \tilde{p}_4, \tilde{p}_5, \tilde{p}_6, \tilde{p}_7, p_8) \\ &= \|\mathcal{R}_{libre}(f_{libre_{cal}}, p_0, \tilde{p}_1, \tilde{p}_2, \tilde{p}_4, \tilde{p}_5, \tilde{p}_6, \tilde{p}_7, \tilde{p}_8)\|^2\end{aligned}\quad (1.72)$$

La méthode du gradient conjugué est décrite par la figure 1.33, elle est itérative (indice j), ainsi si $\{p_1, p_2, p_8\}$ change il faut recommencer les étapes linéaires. Les tolérances tol_k sur les différents paramètres sont donnés dans le tableau 1.8. Les dérivées de $\eta_{libre_2}^2$ par rapport aux paramètres sont calculées analytiquement à partir de l'équation complète de la condition de résonance « à vide » (A.1).

Enfin, reste à minimiser $\eta_{libre_2}^2$ par rapport au paramètre p_0 (tous les autres étant fixés à leurs valeurs optimales) avec la fonction « fminbnd » de MATLAB® qui utilise la méthode du nombre d'or avec une interpolation parabolique [32]-[33]. Les bornes de recherche du minimum sont obtenues à partir de la tolérance tol_{p_0} donnée dans le tableau 1.8 :

$$\begin{aligned}\eta_{libre_3}^2(f_{libre_{cal}}, \tilde{p}_0, \tilde{p}_1, \tilde{p}_2, \tilde{p}_4, \tilde{p}_5, \tilde{p}_6, \tilde{p}_7, \tilde{p}_8) &= \min_{p_0} \eta_{libre_2}^2(f_{libre_{cal}}, p_0, \tilde{p}_1, \tilde{p}_2, \tilde{p}_4, \tilde{p}_5, \tilde{p}_6, \tilde{p}_7, \tilde{p}_8) \\ &= \|\mathcal{R}_{libre}(f_{libre_{cal}}, \tilde{p}_0, \tilde{p}_1, \tilde{p}_2, \tilde{p}_4, \tilde{p}_5, \tilde{p}_6, \tilde{p}_7, \tilde{p}_8)\|^2\end{aligned}\quad (1.73)$$

Au final, le minimum du résidu $\eta_{libre_3}^2$ est obtenu pour les valeurs optimales des différents paramètres $\tilde{p}_0, \tilde{p}_1, \tilde{p}_2, \tilde{p}_4, \tilde{p}_5, \tilde{p}_6, \tilde{p}_7$ et \tilde{p}_8 . Les couples de paramètres (p_4, p_5) et (p_6, p_7) sont identifiés en premier du fait de la linéarité de la condition de résonance par rapport à l'un de ces couples quand l'autre est fixé. L'ordre n'a pas d'importance, p_4 et p_5 peuvent être identifiés avant p_6 et p_7 et inversement. Le paramètre p_0 est lui identifié en dernier, séparément de p_1, p_2 et p_8 , car il est le plus sensible de tous (c'est un paramètre d'échelle en fréquence en L_C^4).

Le résidu $\eta_{libre_3}^2$ contient le modèle mais il n'est pas normé, donc il ne permet pas d'évaluer la « qualité » de l'identification. De plus un minimum pour $\eta_{libre_3}^2$ peut ne pas correspondre à la solution recherchée. Pour s'en assurer et évaluer la « qualité » de l'identification expérimentale des paramètres du résonateur, il est possible de calculer un écart relatif en fréquence :

$$q_i = \frac{(f_{libre/contact_{th_i}} - f_{libre/contact_{cal_i}})^2}{f_{libre/contact_{cal_i}}^2} \quad (1.74)$$

$$Q = \frac{1}{l} \sum_{i=1}^l q_i \quad (1.75)$$

avec : i le numéro du mode compris entre 1 et l et $f_{libre/contact_{cal_i}}$ et $f_{libre/contact_{th_i}}$ les fréquences de résonance « à vide » ou « en contact » calculées par la procédure d'extraction et recalées, respectivement.

Plus cet écart relatif en fréquence est proche de zéro, plus l'identification est considérée comme valable.

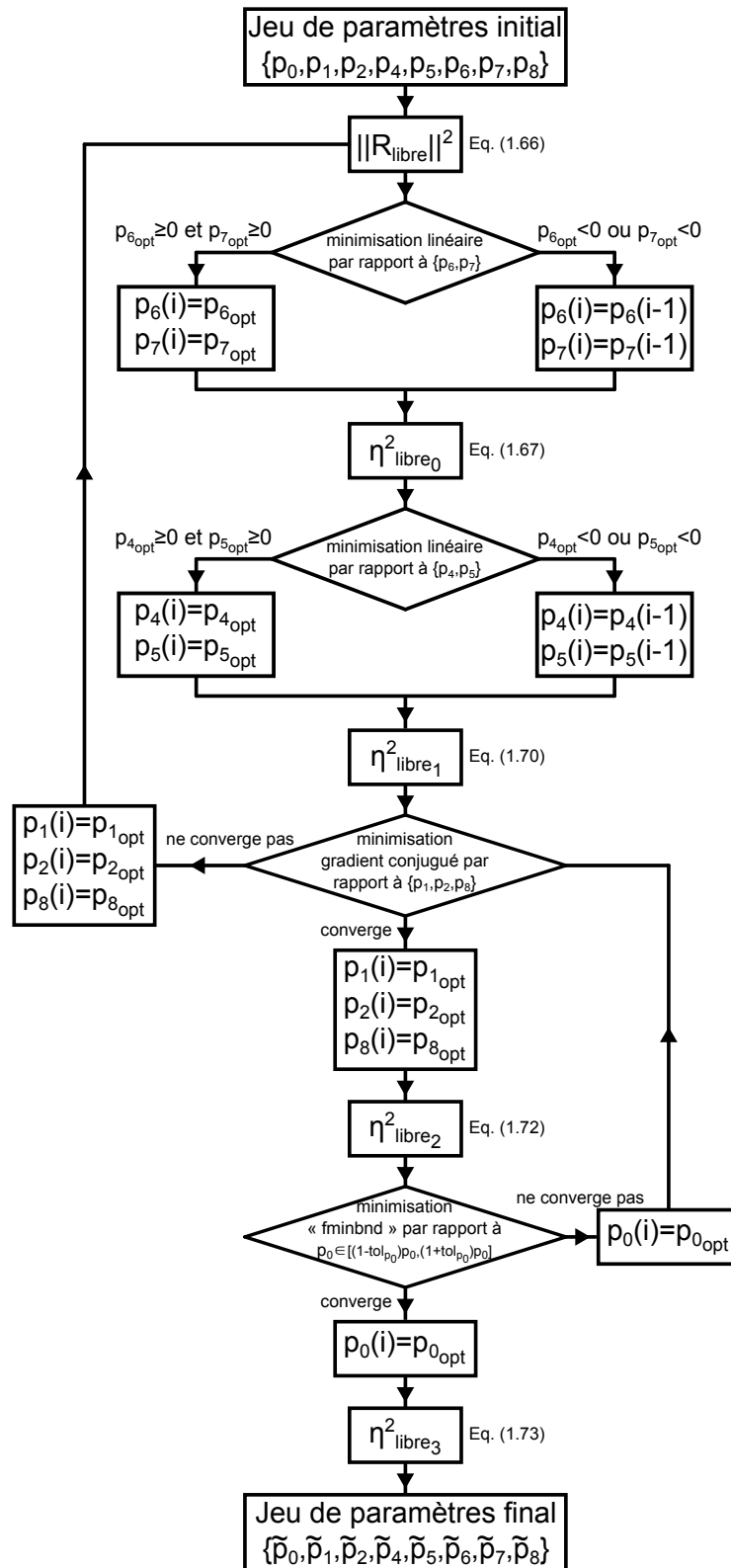


FIGURE 1.32 – Schéma de l’algorithme d’identification expérimentale des paramètres du résonateur à partir des fréquences de résonance « à vide ».

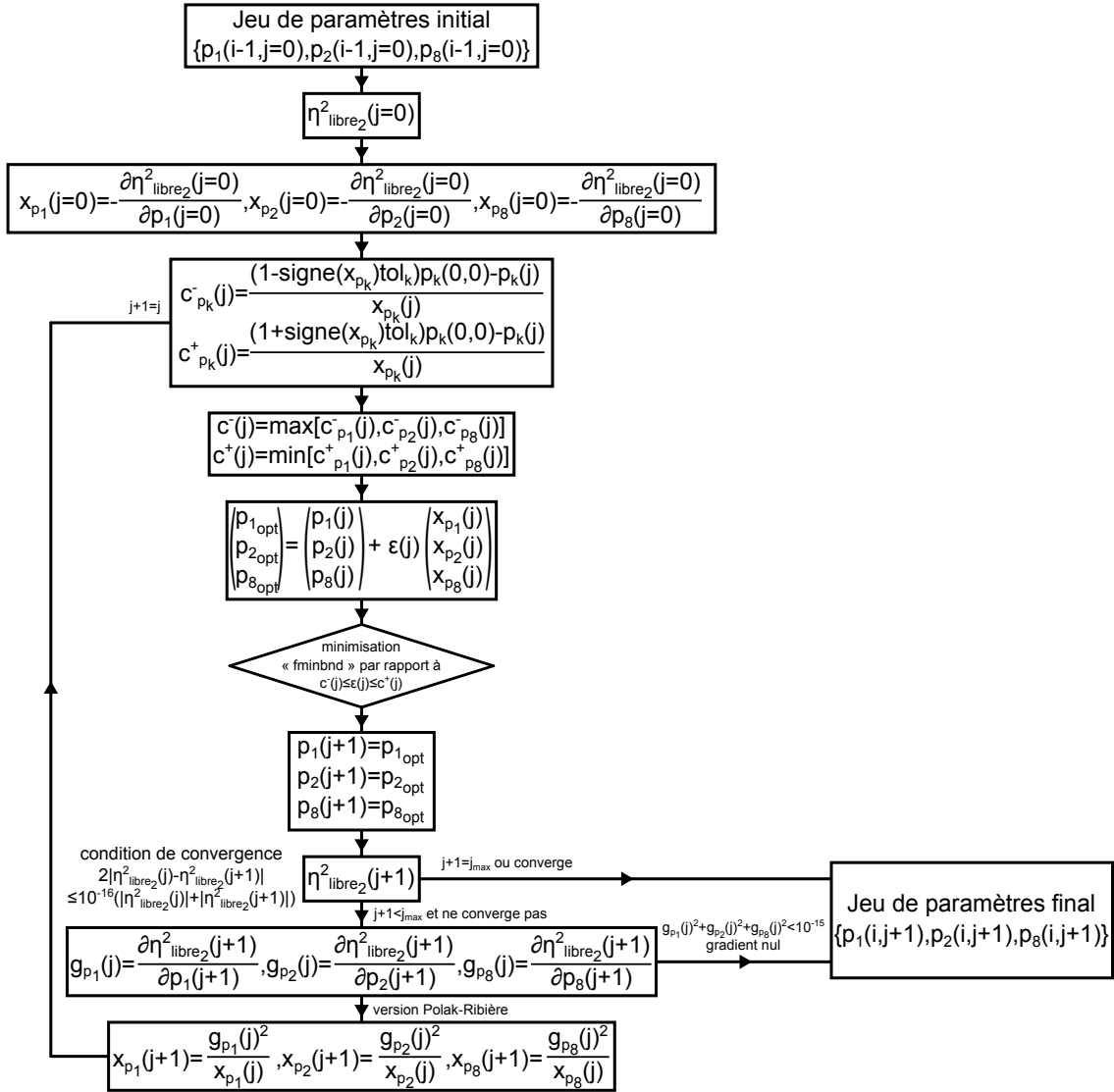


FIGURE 1.33 – Schéma de l'algorithme du gradient conjugué pour l'identification expérimentale des paramètres du résonateur à partir des fréquences de résonance « à vide ».

1.3.3.1/ APPLICATION AU RÉSONATEUR EXPÉRIMENTAL

Dans cette partie l'identification précédemment développée est appliquée au résonateur expérimental en suivant plusieurs étapes : l'extraction des fréquences de résonance à partir des spectres en amplitude mesurés et l'identification des paramètres du résonateur à partir des fréquences extraites.

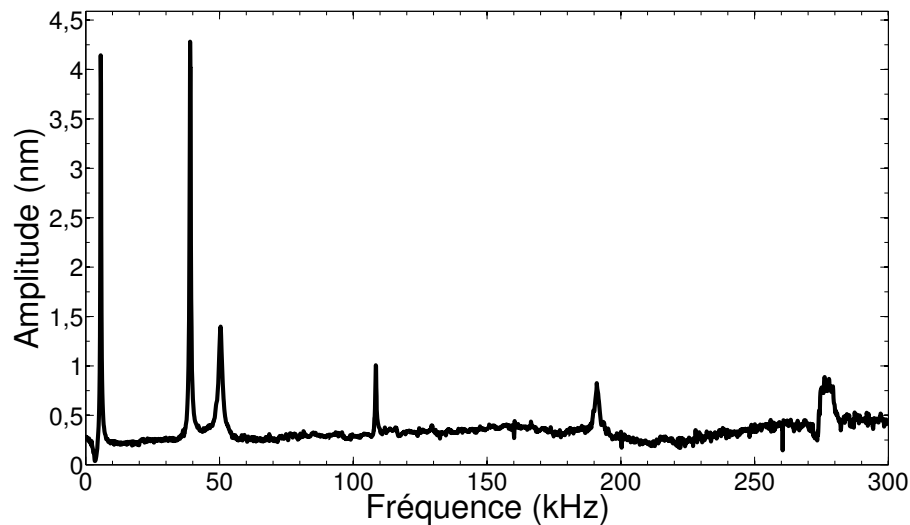


FIGURE 1.34 – Spectre en amplitude mesuré « à vide » du résonateur expérimental, modes 1 à 6.

1.3.3.1.1/ EXTRACTION DES FRÉQUENCES DE RÉSONANCE « À VIDE »

Une fois le balayage en fréquence réalisé, il faut extraire des spectres en amplitude les fréquences des modes libres du capteur vibrant. La procédure consiste à minimiser l'écart entre les spectres expérimentaux et des spectres théoriques sous forme de gaussiennes, comme décrit dans l'Annexe B.

Les résultats de la procédure d'extraction sont donnés dans le tableau 1.5. Les valeurs des fréquences mesurées correspondent aux fréquences des maxima en amplitude des spectres. Les fréquences extraites $f_{extract}$, largeurs des pics $\Delta f_{extract}$ et les amplitudes des pics $a_{extract}$ sont les paramètres optimaux des gaussiennes des spectres théoriques. Le résidu d'extraction permet d'évaluer la qualité de cette identification. Les fréquences extraites $f_{extract}$ seront utilisées dans l'étape d'identification des paramètres de modélisation du capteur vibrant. Les figures 1.35 montrent des exemples (autres que les spectres « à vide » utilisés pour cette procédure d'extraction) de spectres mesurés expérimentalement et de spectres théoriques. Elles illustrent la nécessité de cette étape d'extraction pour limiter l'effet du bruit de la mesure et ceci, même si les fréquences mesurées et extraites sont proches. Il apparaît sur la figure 1.35(c) que le pic du mode 3 est dédoublé. Cela est due au fait que la céramique piézoélectrique bimorphe n'est pas collée parfaitement perpendiculairement au support (voir Fig. 1.2) ce qui provoque le dédoublement du pic et justifie le besoin d'utiliser une procédure d'extraction pour obtenir les valeurs des fréquences de résonance. En outre, dans ce cas les modes 2 et 3 sont proches cette procédure permet de les déconvoluer.

Résultat de l'extraction des fréquences de résonance « à vide »					
Mode	Fréquence mesurée	Fréquence extraite f_{extract}	Largeur pic $\Delta f_{\text{extract}}$	Amplitude pic a_{extract}	Résidu d'extraction η_{extract}^2
1	5410 Hz	5411 Hz	7,98 Hz	4,48 nm	$2,70 \cdot 10^{-4}$
2	38887 Hz	38887 Hz	202 Hz	3,05 nm	$1,45 \cdot 10^{-4}$
3	49714 Hz	49665 Hz	1593 Hz	2,14 nm	$1,41 \cdot 10^{-5}$
4	108022 Hz	108067 Hz	527 Hz	2,11 nm	$2,64 \cdot 10^{-4}$
5	190802 Hz	190727 Hz	1043 Hz	2,89 nm	$6,83 \cdot 10^{-5}$
6	274300 Hz	274607 Hz	2428 Hz	3,48 nm	$4,62 \cdot 10^{-5}$

TABLE 1.5 – Résultat de l'extraction des fréquences de résonance « à vide ».

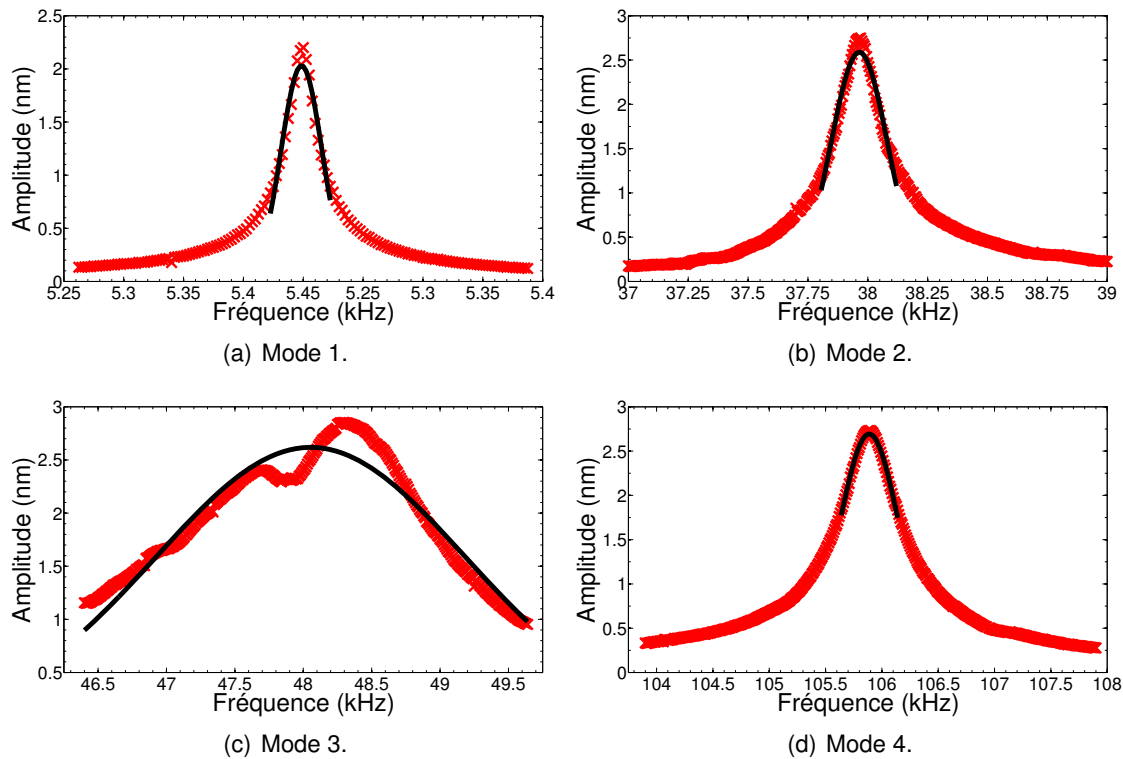


FIGURE 1.35 – Exemples de spectres « à vide » mesurés (croix) et extraits (traits).

1.3.3.1.2/ IDENTIFICATION DES PARAMÈTRES DU RÉSONATEUR EXPÉRIMENTAL À PARTIR DE SES FRÉQUENCES DE RÉSONANCE « À VIDE »

Dans cette partie la procédure d'identification des paramètres de modélisation du résonateur décrite précédemment est appliquée au résonateur expérimental, à partir de ses 6 premières fréquences de résonance « à vide » $f_{libre_{cal}}$ (voir Tab. 1.7). Les fréquences utilisées sont calculées avec la procédure d'extraction décrite dans l'Annexe B à partir des spectres « à vide » mesurés avec le dispositif expérimental. Les valeurs nominales des paramètres pour la procédure sont données dans le tableau 1.8. Le tableau précise également les tolérances sur les paramètres p_0 , p_1 , p_2 et p_8 . Les valeurs des paramètres identifiés doivent être comprises dans ces tolérances, cette contrainte est imposée dans les fonctions qui minimisent les résidus par rapport à ces différents paramètres (voir Fig. 1.32 et 1.33). A noter que les valeurs identifiées de p_4 , p_5 , p_6 et p_7 doivent être positives et celle de p_8 doit être inférieure à 1.

L'utilisation directe (avec les 6 modes et les valeurs nominales des paramètres) de la procédure décrite précédemment 1.3.3 ne donne pas de bons résultats : elle a tendance à aboutir à un minimum local qui ne convient pas. Ceci est évalué grâce à la valeur de l'écart relatif en fréquence Q . Il faut procéder progressivement, en l'appliquant d'abord aux 3 premiers modes avec les valeurs nominales des paramètres. La minimisation conduit à un premier jeu de paramètres identifiés. Avec ce jeu, les fréquences théoriques $f_{libre_{th}}$ doivent correspondre aux fréquences calculées $f_{libre_{cal}}$, ce qui correspond à un écart relatif en fréquence Q proche de 0. Il se peut que cela ne soit pas le cas car un minimum de la condition de résonance ne correspond pas forcément à un minimum de l'écart relatif en fréquence. Si c'est le cas, il faut recommencer la minimisation en modifiant les valeurs initiales des paramètres p_4 , p_5 , p_6 et p_7 , qui ont été choisies arbitrairement, jusqu'à avoir un écart relatif en fréquence proche de 0.

Ensuite, il faut réappliquer la procédure, cette fois en utilisant les 4 premiers modes et le jeu de paramètres identifiés sur 3 modes en guise de paramètres initiaux. Et ainsi de suite jusqu'à avoir un jeu de paramètres identifiés sur les 6 modes qui donne un écart relatif en fréquence faible.

Les tableaux 1.6, 1.7 et 1.8 résument les résultats de l'identification des paramètres de la modélisation du résonateur à partir des fréquences de résonance « à vide ». Le tableau 1.6 montre les résidus et écarts relatifs en fréquence pour chaque mode. Les résidus sont faibles pour tous les modes excepté pour le 5^e ce qui donne des écarts relatifs en fréquence numériquement nuls. Le 5^e mode est un peu à part, il est moins bien recalé que les autres et il est responsable de la quasi-totalité du résidu global. Cependant, son écart relatif en fréquence étant faible, la solution globale reste satisfaisante. Ce problème de recalage du 5^e mode est sans doute dû à un manque de finesse du modèle. Cela ramène à la question du compromis entre le nombre de modes utilisés et le nombre de paramètres du modèle évoquée au début de cette partie. Le modèle pourrait être amélioré, augmentant ainsi le nombre de ses paramètres, mais ne pouvant pas mesurer plus de 6 modes, la qualité de l'identification ne serait sans doute pas plus valable. En mettant à part le 5^e mode, le minimum de résidu $\eta_{libre_3}^2$ trouvé correspond à un minimum de l'écart relatif en fréquence Q .

Résidu et écart relatif en fréquence obtenus par la procédure de calibration				
Mode	$\ \mathcal{R}_{\text{libre}}(f_{\text{libre cal}_i})\ ^2$	$\eta_{\text{libre}_3}^2$	q_i	Q
1	$5,67.10^{-6}$	$2,04.10^{15}$	$2,32.10^{-19}$	$1,04.10^{-3}$
2	$1,94.10^{-6}$		$8,15.10^{-19}$	
3	$8,37.10^{-9}$		$1,78.10^{-21}$	
4	$1,55.10^{-6}$		$4,40.10^{-22}$	
5	$2,04.10^{15}$		$6,24.10^{-3}$	
6	$2,41.10^{-6}$		$7,51.10^{-25}$	

TABLE 1.6 – Résidu et écart relatif en fréquence obtenus par la procédure de calibration.

Le tableau 1.7 montre les valeurs des fréquences recalées. Comme le montrent les q_i proches de zéro (voir Tab. 1.6), ces fréquences sont identiques aux fréquences expérimentales sauf pour le mode 5.

Fréquences libres obtenues par la procédure de calibration		
Mode	Fréquence extraite	Fréquence recalée
1	5411 Hz	5411 Hz
2	38887 Hz	38887 Hz
3	49665 Hz	49665 Hz
4	108067 Hz	108067 Hz
5	190727 Hz	205792 Hz
6	274607 Hz	274607 Hz

TABLE 1.7 – Fréquences libres obtenues par la procédure de calibration.

Le tableau 1.8 montre les valeurs nominales et identifiées des paramètres de modélisation. Ce sont ces dernières qui sont utilisées par la suite. Les valeurs identifiées de p_2 et p_8 sont très proches des valeurs nominales. Les valeurs identifiées de p_0 et p_1 sont inférieures de 18% par rapport aux valeurs nominales mais cela reste dans les tolérances autorisées. Ces tolérances sont calculées à partir des équations des p_i (voir Eq. (1.58)) et des incertitudes de mesure sur les différents paramètres (L_C , ρ_C , E_C , m_T , ...).

Paramètres obtenus par la procédure de calibration			
Paramètre	Valeur nominale	Valeur identifiée	Différence nominale-identifiée
p_0	$7,08.10^{-9} s^2 \pm 31\%$	$5,76.10^{-9} s^2$	-18,7%
p_1	$0,336 \pm 24\%$	0,275	-18,2%
p_2	$15,2 \pm 16\%$	14,8	-2,80%
p_4	$1.10^{12} s^{-2}$	$1,35.10^{12} s^{-2}$	
p_5	1.10^{-2}	0,607	
p_6	1.10^{-2}	0,960	
p_7	$1.10^{12} s^{-2}$	$9,55.10^{10} s^{-2}$	
p_8	$0,961 \pm 4\%$	0,964	+0,287%

TABLE 1.8 – Paramètres obtenus par la procédure de calibration.

1.3.4/ IDENTIFICATION DES CONSTANTES ÉLASTIQUES À PARTIR DES FRÉ- QUENCES DE RÉSONANCE « EN CONTACT »

Dans cette partie, la procédure d'identification des constantes élastiques ($X(E_S^*)$ et $Z(\nu_S)$) et des deux paramètres de modélisation non identifiés avec les modes « à vide » (p_3 et p_9) à partir de m jeux (mesures expérimentales) de n fréquences de résonance « en contact » ($f_{contact_{cal}}$) est décrite. Dans ce cas, n modes sont utilisés pour m distance d'appui z différentes. Ainsi $f_{contact_{cal}}$, X , E_S^* et p_9 sont des vecteurs à $n \times m$ composantes, $Z(\nu_S)$ et p_3 sont des scalaires. Pour cette procédure de minimisation les valeurs optimales des paramètres de modélisation obtenues avec l'identification « à vide » sont utilisées (voir Tab. 1.8). De plus, il est proposé de négliger le terme en p_9^2 de la condition de résonance pour la rendre linéaire par rapport au paramètre p_9 (voir Eq. A.7). Cette approximation est possible car la valeur du paramètre $p_9 = \frac{\frac{1}{2} \frac{4}{3} \pi a^3 \rho_S}{m_T} \sim 10^{-9}$ (voir Eqs. (1.52) et (1.58)) est très petite devant 1, rendant négligeable le terme quadratique. En outre, les composantes de p_9 peuvent s'écrire sous la forme générique : $p_{9_j} = p_{9_0} + a_j (E_{S_j}^*)^3$, a étant le vecteur à $n \times m$ composantes contenant les différents rayons de contact.

En premier, la procédure d'identification consiste à calculer les valeurs nominales des différents paramètres, la procédure de minimisation nécessitant des valeurs initiales. Les valeurs de X et Z sont obtenues à partir des paramètres élastiques supposés du matériau. La valeur de p_3 vient de mesures géométriques de la pointe (voir Tab. 1.1). Par contre, la procédure ne nécessite pas de valeurs initiales pour p_{9_0} et p_{9_a} . La procédure d'identification est décrite par les schémas des figures 1.36 et 1.37.

La suite consiste à écrire la condition de résonance « en contact » à partir de l'équation (1.61) :

$$\mathcal{R}_{contact_{/p_9^2}}(f_{contact_{cal}}, \tilde{p}_0, \tilde{p}_1, \tilde{p}_2, p_3, \tilde{p}_4, \tilde{p}_5, \tilde{p}_6, \tilde{p}_7, \tilde{p}_8, p_9(p_{9_0}, p_{9_a}, E_S^*), X(E_S^*), Z(\nu_S)) = \vec{0} \quad (1.76)$$

$\mathcal{R}_{/p_9^2}$ est ici un vecteur à $n \times m$ composantes. L'indice $/p_9^2$ indique l'absence du terme en p_9^2 dans la condition de résonance.

L'équation complète est donnée dans l'Annexe A (Eq. (A.7)). Elle est linéaire par rapport aux paramètres (p_{9_0} , p_{9_a}) ou p_3 ou Z , lorsque les autres sont fixés. La procédure d'identification des constantes élastiques exploite ces linéarités.

Pour la première étape les paramètres X , Z et p_3 sont fixés à leurs valeurs nominales et la condition de résonance « en contact » est réécrite pour faire apparaître sa linéarité par rapport à p_{9_0} et p_{9_a} :

$$\begin{aligned} \mathcal{R}_{contact_{/p_9^2}}(f_{contact_{cal}}, p_3, p_9(p_{9_0}, p_{9_a}, E_S^*), X(E_S^*), Z(\nu_S)) &= C_1(f_{contact_{cal}}, p_3, X(E_S^*), Z(\nu_S)) p_{9_0} \\ &+ C_1(f_{contact_{cal}}, p_3, X(E_S^*), Z(\nu_S)) a (E_S^*)^3 p_{9_a} + C_2(f_{contact_{cal}}, p_3, X(E_S^*), Z(\nu_S)) \end{aligned} \quad (1.77)$$

avec : C_1 et C_2 des vecteurs à $n \times m$ composantes qui sont données par les équations (A.24) et (A.25).

Les valeurs optimales $\tilde{p}_{\tilde{9}_0}$ et $\tilde{p}_{\tilde{9}_a}$ minimisent le résidu $\eta_{contact_0}^2$:

$$\begin{aligned} \eta_{contact_0}^2 & \left(f_{contact_{cal}}, p_3, p_9 \left(\tilde{p}_{\tilde{9}_0}, \tilde{p}_{\tilde{9}_a}, E_S^* \right), X \left(E_S^* \right), Z \left(v_S \right) \right) \\ & = \min_{p_{\tilde{9}_0}, p_{\tilde{9}_a}} \left\| \mathcal{R}_{contact_{/p_9^2}} \left(f_{contact_{cal}}, p_3, p_9 \left(p_{\tilde{9}_0}, p_{\tilde{9}_a}, E_S^* \right), X \left(E_S^* \right), Z \left(v_S \right) \right) \right\|^2 \\ & = \left\| \mathcal{R}_{contact_{/p_9^2}} \left(f_{contact_{cal}}, p_3, p_9 \left(\tilde{p}_{\tilde{9}_0}, \tilde{p}_{\tilde{9}_a}, E_S^* \right), X \left(E_S^* \right), Z \left(v_S \right) \right) \right\|^2 \end{aligned} \quad (1.78)$$

Les valeurs optimales $\tilde{p}_{\tilde{9}_0}$ et $\tilde{p}_{\tilde{9}_a}$ sont obtenues par la résolution du système d'équations linéaires (similaire à celle des équations (1.68) pour $(\tilde{p}_6, \tilde{p}_7)$ et (1.71) pour $(\tilde{p}_4, \tilde{p}_5)$) dont la solution s'écrit :

$$\begin{pmatrix} \tilde{p}_{\tilde{9}_0} \\ \tilde{p}_{\tilde{9}_a} \end{pmatrix} = - \left({}^t [C_1; C_1 a^3] \cdot [C_1; C_1 a^3] \right)^{-1} \cdot \left({}^t [C_1; C_1 a^3] \cdot C_2 \right) \quad (1.79)$$

Pour obtenir cette solution, il faut que $n \times m$ soit au moins égal à 2. Si $n \times m > 2$, le système linéaire est surdéterminé et peut être résolu grâce à la stationnarité de la condition de résonance, la valeur de $\eta_{contact_0}^2$ est alors non nulle. Si $\tilde{p}_9 < 0$ ou $\tilde{p}_{\tilde{9}_a} < 0$, les valeurs nominales ($p_{\tilde{9}_0} = 0$ et $p_{\tilde{9}_a} = 0$) ou obtenues à l'itération précédente sont conservées (voir Fig. 1.36).

Pour la seconde étape, les paramètres $\tilde{p}_{\tilde{9}_0}$, $\tilde{p}_{\tilde{9}_a}$, X et Z sont fixés. Ainsi, la condition de résonance « en contact » est linéaire par rapport à p_3^2 , il est possible de la réécrire :

$$\begin{aligned} \mathcal{R}_{contact_{/p_9^2}} \left(f_{contact_{cal}}, p_3, p_9 \left(\tilde{p}_{\tilde{9}_0}, \tilde{p}_{\tilde{9}_a}, E_S^* \right), X \left(E_S^* \right), Z \left(v_S \right) \right) & = D_1 \left(f_{contact_{cal}}, p_9 \left(\tilde{p}_{\tilde{9}_0}, \tilde{p}_{\tilde{9}_a}, E_S^* \right), X \left(E_S^* \right), Z \left(v_S \right) \right) p_3^2 \\ & + D_2 \left(f_{contact_{cal}}, p_9 \left(\tilde{p}_{\tilde{9}_0}, \tilde{p}_{\tilde{9}_a}, E_S^* \right), X \left(E_S^* \right) \right) \end{aligned} \quad (1.80)$$

avec : D_1 et D_2 des vecteurs à $n \times m$ composantes données par les équations (A.27) et (A.28).

Il est alors possible d'obtenir linéairement la valeur optimale \tilde{p}_3^2 qui minimise le résidu $\eta_{contact_1}^2$:

$$\begin{aligned} \eta_{contact_1}^2 & \left(f_{contact_{cal}}, \tilde{p}_3, p_9 \left(\tilde{p}_{\tilde{9}_0}, \tilde{p}_{\tilde{9}_a}, E_S^* \right), X \left(E_S^* \right), Z \left(v_S \right) \right) \\ & = \min_{p_3^2} \left\| \mathcal{R}_{contact_{/p_9^2}} \left(f_{contact_{cal}}, p_3, p_9 \left(\tilde{p}_{\tilde{9}_0}, \tilde{p}_{\tilde{9}_a}, E_S^* \right), X \left(E_S^* \right), Z \left(v_S \right) \right) \right\|^2 \\ & = \left\| \mathcal{R}_{contact_{/p_9^2}} \left(f_{contact_{cal}}, \tilde{p}_3, p_9 \left(\tilde{p}_{\tilde{9}_0}, \tilde{p}_{\tilde{9}_a}, E_S^* \right), X \left(E_S^* \right), Z \left(v_S \right) \right) \right\|^2 \end{aligned} \quad (1.81)$$

La résolution du système linéaire mène à la valeur optimale \tilde{p}_3^2 qui en est la solution (similaire à l'équation (1.79) pour $(\tilde{p}_{\tilde{9}_0}, \tilde{p}_{\tilde{9}_a})$) et qui s'écrit :

$$\tilde{p}_3^2 = - \left({}^t D_1 \cdot D_1 \right)^{-1} \cdot \left({}^t D_1 \cdot D_2 \right) \quad (1.82)$$

Pour résoudre le système il faut que $n \times m$ soit au moins égal à 1. Si $n \times m > 1$, le système linéaire est surdéterminé et peut être résolu grâce à la stationnarité de la condition de résonance, la valeur de $\eta_{contact_1}^2$ est alors non nulle. Si $\tilde{p}_3^2 < 0$, la valeur nominale ou

obtenue à l'itération précédente est conservée (voir Fig. 1.36).

\tilde{p}_3 , \tilde{p}_{9_0} , \tilde{p}_{9_a} et X étant fixés, la condition de résonance est linéaire par rapport au paramètre Z et se réécrit sous la forme suivante :

$$\begin{aligned} \mathcal{R}_{contact_{/p_9^2}}(f_{contact_{cal}}, \tilde{p}_3, p_9(\tilde{p}_{9_0}, \tilde{p}_{9_a}, E_S^*), X(E_S^*), Z(v_S)) = & E_1(f_{contact_{cal}}, \tilde{p}_3, p_9(\tilde{p}_{9_0}, \tilde{p}_{9_a}, E_S^*), X(E_S^*))Z(v_S) \\ & + E_2(f_{contact_{cal}}, \tilde{p}_3, p_9(\tilde{p}_{9_0}, \tilde{p}_{9_a}, E_S^*), X(E_S^*)) \end{aligned} \quad (1.83)$$

avec : E_1 et E_2 des vecteurs à $n \times m$ composantes données par les équations (A.30) et (A.31).

La valeur optimale $Z(v_S)$ minimise le résidu $\eta_{contact_2}^2$:

$$\begin{aligned} \eta_{contact_2}^2(f_{contact_{cal}}, \tilde{p}_3, p_9(\tilde{p}_{9_0}, \tilde{p}_{9_a}, E_S^*), X(E_S^*), \tilde{Z}(\tilde{v}_S)) \\ = \min_{Z(v_S)} \left\| \mathcal{R}_{contact_{/p_9^2}}(f_{contact_{cal}}, \tilde{p}_3, p_9(\tilde{p}_{9_0}, \tilde{p}_{9_a}, E_S^*), X(E_S^*), Z(v_S)) \right\|^2 \\ = \left\| \mathcal{R}_{contact_{/p_9^2}}(f_{contact_{cal}}, \tilde{p}_3, p_9(\tilde{p}_{9_0}, \tilde{p}_{9_a}, E_S^*), X(E_S^*), \tilde{Z}(\tilde{v}_S)) \right\|^2 \end{aligned} \quad (1.84)$$

La valeur optimale $\tilde{Z}(\tilde{v}_S)$ est obtenue par la résolution du système d'équations linéaires et la solution (similaire aux équations (1.79) pour $(\tilde{p}_{9_0}, \tilde{p}_{9_a})$ et (1.82) pour \tilde{p}_{3_2}) s'écrit :

$$\tilde{Z}(\tilde{v}_S) = -\left({}^tE_1.E_1\right)^{-1} \cdot ({}^tE_1.E_2) \quad (1.85)$$

Il faut que $n \times m$ soit au moins égal à 1 pour que le système puisse être résolu. Si $n \times m > 1$, le système linéaire est surdéterminé et peut être résolu grâce à la stationnarité de la condition de résonance, la valeur de $\eta_{contact_2}^2$ est alors non nulle. Si $\tilde{Z} < \frac{1}{3}$ ou $\tilde{Z} > \frac{1}{2}$, la valeur nominale ou obtenue à l'itération précédente est conservée (voir Fig. 1.36).

Enfin, le résidu $\eta_{contact_2}^2$ est minimisé par rapport à E_S^* à l'aide de la méthode du gradient conjugué de Polak-Ribière [37]. Cela donne le résidu suivant :

$$\begin{aligned} \eta_{contact_3}^2(f_{contact_{cal}}, \tilde{p}_3, \tilde{p}_9(\tilde{p}_{9_0}, \tilde{p}_{9_a}, \tilde{E}_S^*), \tilde{X}(\tilde{E}_S^*), \tilde{Z}(\tilde{v}_S)) \\ = \min_{E_S^*} \eta_{contact_2}^2(f_{contact_{cal}}, \tilde{p}_3, p_9(\tilde{p}_{9_0}, \tilde{p}_{9_a}, E_S^*), X(E_S^*), \tilde{Z}(\tilde{v}_S)) \\ = \left\| \mathcal{R}_{contact_{/p_9^2}}(f_{contact_{cal}}, \tilde{p}_3, \tilde{p}_9(\tilde{p}_{9_0}, \tilde{p}_{9_a}, \tilde{E}_S^*), \tilde{X}(\tilde{E}_S^*), \tilde{Z}(\tilde{v}_S)) \right\|^2 \end{aligned} \quad (1.86)$$

La méthode du gradient conjugué est décrite par la figure 1.37, elle est itérative (indice j), ainsi si $\{E_S^*\}$ change il faut recommencer les étapes linéaires. La tolérance $tol_{E_S^*}$ est choisie égale à $\pm 50\%$ par rapport à la valeur nominale afin de ne pas trop contraindre l'identification. Les dérivées de $\eta_{contact_3}^2$ par rapport aux paramètres sont calculées analytiquement à partir de l'équation complète de la condition de résonance « en contact » (A.7).

Au final, le minimum du résidu $\eta_{contact_3}^2$ est obtenu pour les valeurs optimales des différents paramètres \tilde{p}_3^2 , $\tilde{p}_9(\tilde{p}_{9_0}, \tilde{p}_{9_a}, \tilde{E}_S^*)$, $\tilde{X}(\tilde{E}_S^*)$ et $\tilde{Z}(\tilde{v}_S)$. Le paramètre p_9 est identifié en premier du fait de la linéarité de la condition de résonance et parce que c'est le seul dont il n'est pas possible d'avoir une valeur a priori. La procédure présentée permet de s'en affranchir. Les paramètres p_3^2 et Z sont ensuite identifiés du fait de la linéarité de la condition

de résonance. Le paramètre p_3^2 étant moins sensible que Z , il est préalablement identifié. En pratique, selon le cas, il est possible de modifier légèrement cette procédure et certaines variantes seront développées dans le cas d'exemples concrets. De plus, comme pour l'identification « à vide », un minimum de $\eta_{contact_3}^2$ ne correspond pas forcément à une solution acceptable. L'écart relatif en fréquence, défini par les équations (1.74) et (1.75), permet également d'évaluer la « qualité » de l'identification « en contact ».

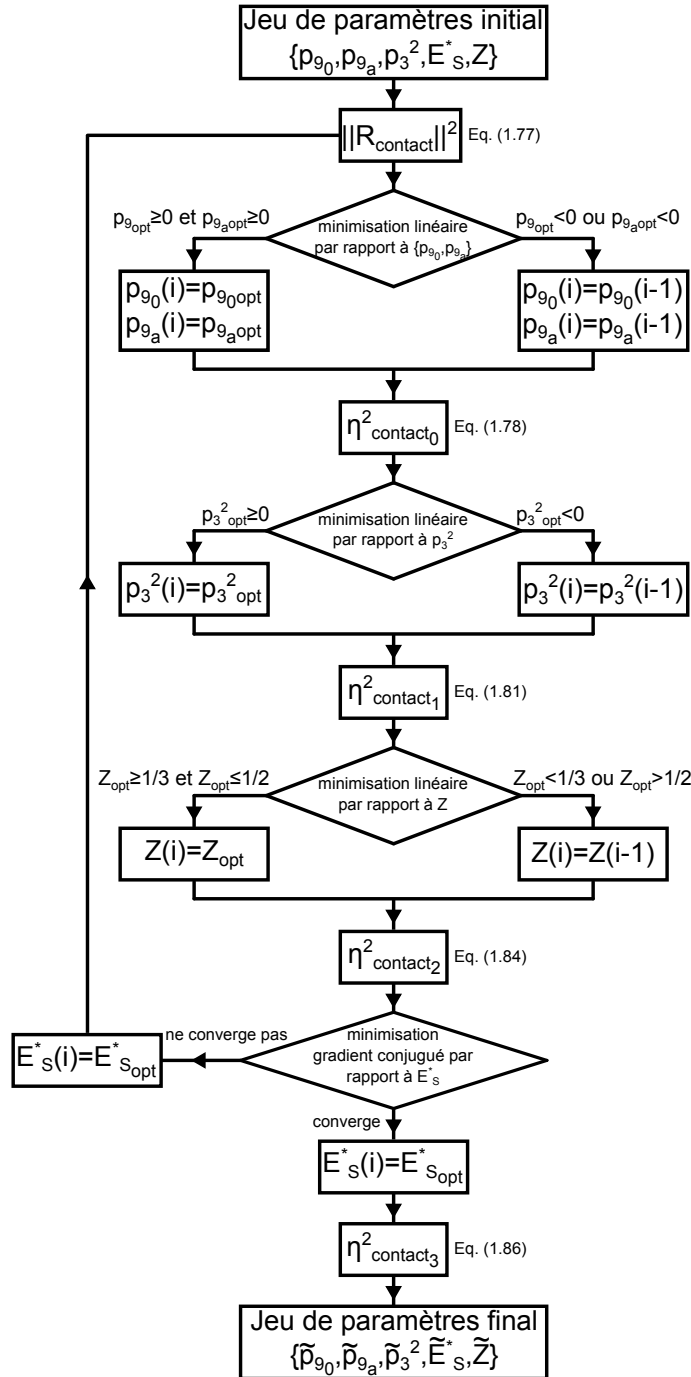


FIGURE 1.36 – Schéma de l'algorithme d'identification des constantes élastiques à partir des fréquences de résonance « en contact ».

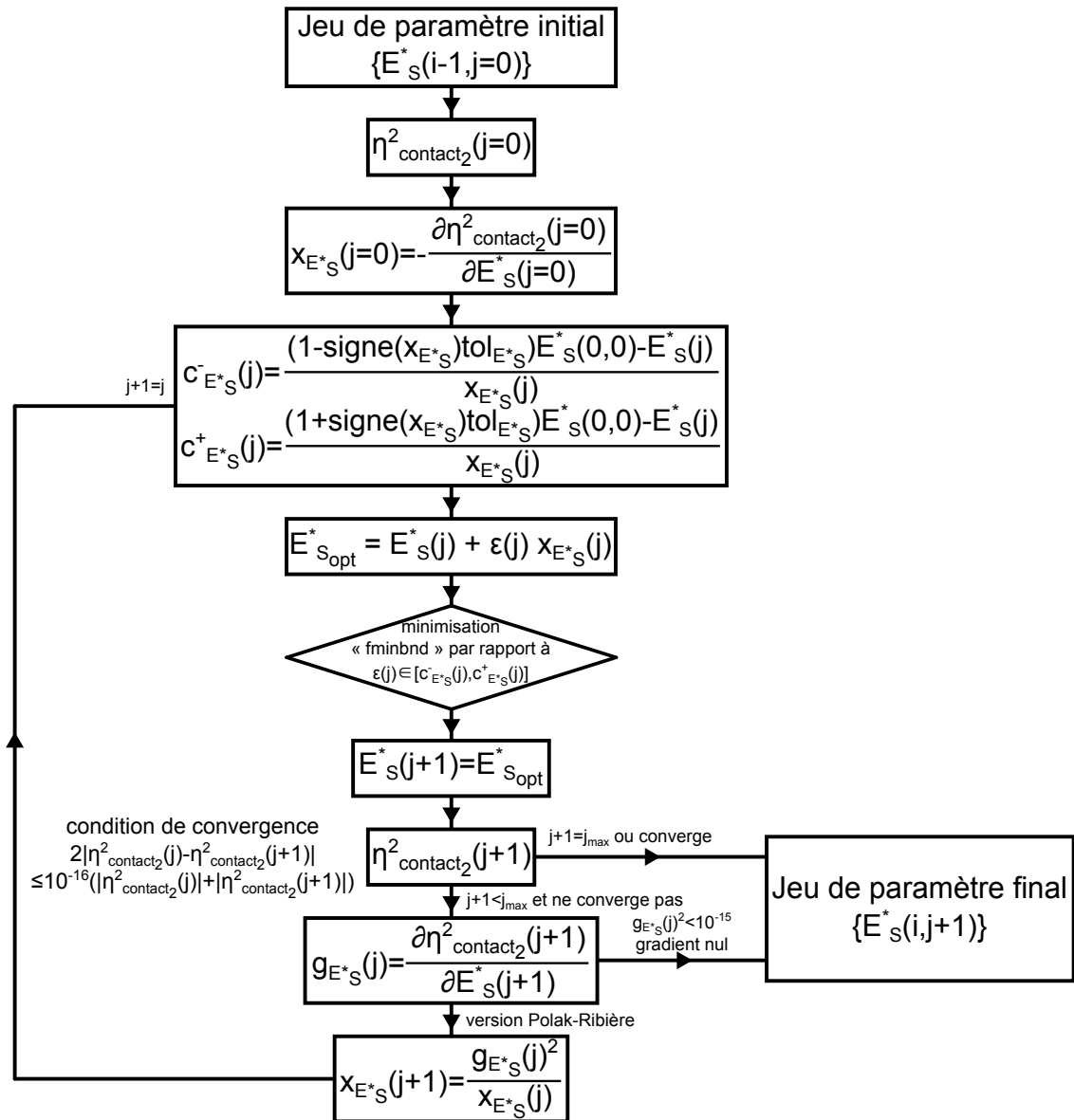


FIGURE 1.37 – Schéma de l'algorithme du gradient conjugué pour l'identification des constantes élastiques à partir des fréquences de résonance « en contact ».

1.3.5/ APPLICATION AU SU-8

Le premier exemple de caractérisation mécanique à l'aide du SMM est celui du SU-8, une résine époxy photosensible [39], à base de résine EPON SU-8 (de chez Shell Chemical), qui a été développée et brevetée [40] par IBM. L'échantillon est un film mince de SU-8 de $20\ \mu\text{m}$ d'épaisseur e_S , déposé sur un wafer en silicium et recouvert pour la réflexion lumineuse de $7\ \text{nm}$ d'or. Ce matériau a été choisi car il a un comportement mécanique « simple ». En effet, il peut-être considéré comme purement élastique linéaire, son module d'élasticité est peu dépendant de la fréquence d'excitation (la tangente de l'angle de perte est de l'ordre de 5.10^{-3} au voisinage du kHz [38]) et il évolue peu en vieillissant [38]. De plus, il est bien connu car il a déjà été caractérisé avec les précédentes méthodes d'utilisation du SMM et en nanoindentation [38]-[35]. Les essais sur cet échantillon ont donc pour but la validation de cette technique.

La caractérisation mécanique de l'échantillon de SU-8 est présentée ci-dessous, à savoir : la mesure des modes « en contact », l'extraction des fréquences de résonance et l'identification des constantes élastiques à partir des fréquences extraites. Pour terminer, les résultats obtenus sont comparés à des résultats obtenus précédemment sur le SMM et des nouveaux résultats de nanoindentation.

1.3.5.1/ MESURE DES MODES « EN CONTACT » SUR LE SU-8

La mesure consiste d'abord à mettre la pointe en contact avec l'échantillon. Pour cela, le SMM est équipé d'un système de diode 4-quadrants (voir 1.2.2.1) permettant de détecter le contact par une mesure de la déflexion du microlevier, l'échantillon étant collé sur un support permettant de régler précisément sa hauteur (platine capacitive 3 axes P-517.3CD de chez PI). Il faut donc faire monter l'échantillon jusqu'à ce que la détection de la déflexion du microlevier par la diode indique que la pointe est en contact avec le SU-8. Cette situation correspond à une distance d'appui z nulle. Ensuite, il faut continuer à faire monter l'échantillon jusqu'à une valeur de z voulue. Comme les essais sont effectués avec un film mince il est conseillé de ne pas trop appuyer sur l'échantillon pour ne mesurer que les propriétés du SU-8 en s'affranchissant de l'effet du substrat en silicium. Des essais de nanoindentation (voir Fig. 1.43) ont montré qu'une valeur de $\frac{\delta}{e_S}$ (avec δ le déplacement sous la pointe du SMM) inférieure à 0,02 permet d'être sûr de s'affranchir de l'effet de substrat. Ensuite, la mesure proprement dite consiste à relever avec l'interféromètre hétérodyne, l'amplitude de vibration du microlevier en fonction de la fréquence d'excitation du bimorphe. Il en ressort des spectres en amplitude et en phase dont sont extraits les fréquences de résonance des modes du capteur vibrant « en contact » avec le SU-8, pour un z donné.

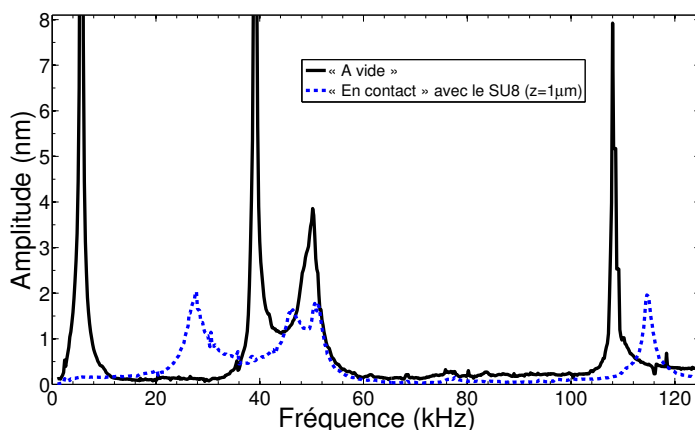


FIGURE 1.38 – Spectres en amplitude mesurés « à vide » et « en contact » avec le SU-8 pour $z = 1 \mu\text{m}$, modes 1 à 4.

Présentement, les mesures sont faites en 2 points de l'échantillon, appelés A et B. En effet, à l'échelle locale les constantes élastiques peuvent être différentes d'un point à l'autre. Pour chacun de ces points, les 4 premiers modes du capteur sont mesurés et ceci pour 2 distances d'appui différentes : $z_{A1} = 0,5 \mu\text{m}$, $z_{A2} = 0,75 \mu\text{m}$, $z_{B1} = 0,5 \mu\text{m}$ et $z_{B2} = 0,75 \mu\text{m}$. Ceci correspond à des enfoncements estimés (avec les valeurs des constantes élastiques du SU-8 données par [35]) acceptables pour un échantillon de $20 \mu\text{m}$ d'épaisseur (e_S) : $\delta_{A1 \text{ et } B1} = 17,6 \text{ nm}$ et $\delta_{A2 \text{ et } B2} = 23,2 \text{ nm}$ soit $\frac{\delta}{e_S} \sim 10^{-3}$. Les résultats des mesures sont donnés dans le tableau 1.9 et sont à rapprocher de ceux du tableau 1.7 qui contient les valeurs des fréquences de résonance « à vide » du même capteur vibrant. Il s'agit des mêmes modes qui sont « décalés » par le contact sur le SU-8. A noter que le 3^e mode qui vient du piézoélectrique bimorphe est peu influencé par le contact. En outre, les modes 2 et 3 sont proches d'où la nécessité de les déconvoluer à l'aide de la procédure d'extraction des fréquences de résonance (voir Annexe B).

Modes « en contact » sur le SU-8					
Point A					
	« A vide »	$z_{A1} = 0,5 \mu\text{m}$	% de variation vide-contact	$z_{A2} = 0,75 \mu\text{m}$	% de variation vide-contact
Mode	Fréquence mesurée				
1	5411 Hz	25664 Hz	374%	26456 Hz	389%
2	38887 Hz	44764 Hz	15%	45500 Hz	17%
3	49665 Hz	50404 Hz	1,5%	50460 Hz	1,6%
4	108067 Hz	113640 Hz	5,2%	114312 Hz	5,8%
Point B					
	« A vide »	$z_{B1} = 0,5 \mu\text{m}$	% de variation vide-contact	$z_{B2} = 0,75 \mu\text{m}$	% de variation vide-contact
Mode	Fréquence mesurée				
1	5411 Hz	24360 Hz	350%	25333 Hz	368%
2	38887 Hz	43415 Hz	12%	43700 Hz	12%
3	49665 Hz	50205 Hz	1,1%	50213 Hz	1,1%
4	108067 Hz	112750 Hz	4,3%	112967 Hz	4,5%

TABLE 1.9 – Modes « en contact » sur le SU-8.

1.3.5.2/ EXTRACTION DES FRÉQUENCES DE RÉSONANCE « EN CONTACT » SUR LE SU-8

Maintenant, passons à l'extraction des fréquences de résonance « en contact » sur le SU-8 à partir des spectres mesurés. La procédure reste la même que celle décrite dans l'Annexe B et appliquée dans la partie 1.3.3.1.1. Les résultats de la procédure d'extraction sont donnés dans le tableau 1.10. Les figures 1.39 montrent les spectres mesurés expérimentalement et les spectres théoriques pour les modes 1 à 4 au point A, pour la distances d'appui z_{A1} . Il apparaît sur la figure 1.39(c) que le pic du mode 3 est dédoublé, comme c'était déjà le cas « à vide » (voir Fig. 1.35(c)). Cette situation est due au fait que la céramique piézoélectrique bimorphe n'est pas collée parfaitement perpendiculairement au support (voir Fig. 1.2) ce qui provoque le dédoublement du pic, d'où l'intérêt de l'extraction des fréquences de résonance.

Modes extraits « en contact » sur le SU-8				
	Point A		Point B	
	$z_{A1} = 0,5 \mu\text{m}$	$z_{A2} = 0,75 \mu\text{m}$	$z_{B1} = 0,5 \mu\text{m}$	$z_{B2} = 0,75 \mu\text{m}$
Mode	Fréquence extraite f_{contact}			
1	25841 Hz	26585 Hz	24664 Hz	25277 Hz
2	45003 Hz	45678 Hz	43521 Hz	44106 Hz
3	50844 Hz	50999 Hz	50022 Hz	50007 Hz
4	113695 Hz	114277 Hz	113136 Hz	113170 Hz
Mode	Résidu d'extraction η_{extract}^2			
1	$1,55 \cdot 10^{-5}$	$1,14 \cdot 10^{-5}$	$3,87 \cdot 10^{-6}$	$4,74 \cdot 10^{-6}$
2	$1,35 \cdot 10^{-5}$	$1,86 \cdot 10^{-5}$	$5,43 \cdot 10^{-5}$	$9,48 \cdot 10^{-6}$
3	$1,93 \cdot 10^{-5}$	$3,40 \cdot 10^{-5}$	$3,23 \cdot 10^{-5}$	$2,58 \cdot 10^{-5}$
4	$1,20 \cdot 10^{-4}$	$1,09 \cdot 10^{-4}$	$7,19 \cdot 10^{-5}$	$8,81 \cdot 10^{-5}$

TABLE 1.10 – Modes extraits « en contact » sur le SU-8.

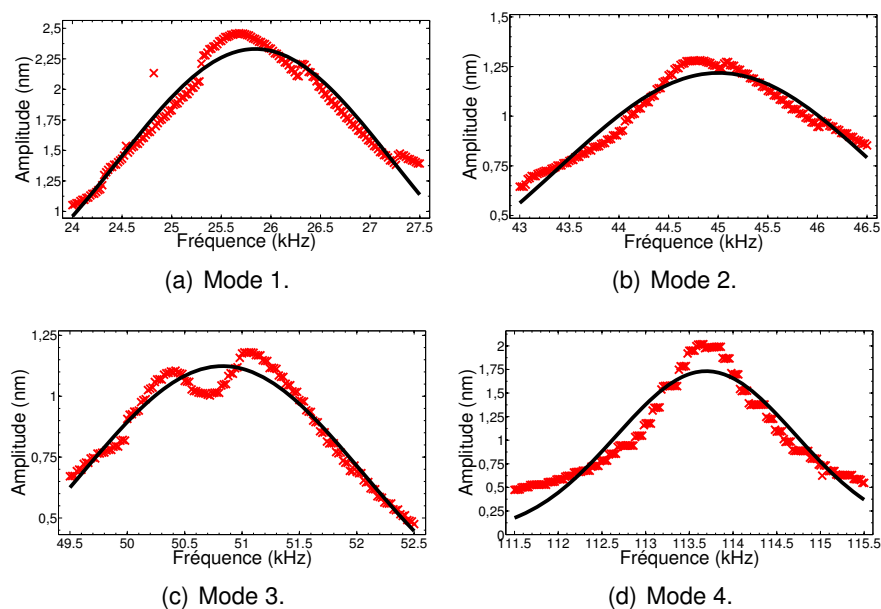


FIGURE 1.39 – Spectres sur SU-8 mesurés (croix) et extraits (trait) pour z_{A1} .

1.3.5.3/ IDENTIFICATION DES CONSTANTES ÉLASTIQUES À PARTIR DES FRÉQUENCES DE RÉSONANCE « EN CONTACT » SUR LE SU-8

Les fréquences des modes « en contact » sur le SU-8 vont être utilisées avec les 8 paramètres de modélisation précédemment identifiés avec les fréquences de résonance « à vide », pour identifier les 2 derniers paramètres de la modélisation (p_3 et p_9) et les 2 paramètres constitutifs (X et Z) contenant les constantes élastiques (E_S^* et ν_S) du SU-8.

Pour effectuer l'identification, il faut préalablement poser quelques hypothèses afin de pouvoir exploiter de façon optimale les 4 jeux de 4 fréquences mesurés expérimentalement : A_1, A_2, B_1 et B_2 .

- Les premières hypothèses à poser concernent le matériau et la loi de comportement à utiliser pour décrire son élasticité. La première hypothèse est que le matériau n'est pas homogène, à l'échelle locale ses constantes élastique peuvent varier d'un point à l'autre. La seconde hypothèse est que dans le cas du SU-8 l'élasticité est indépendante de la fréquence d'excitation [38]-[39]. Le module de Young E_S et le coefficient de Poisson ν_S recherchés sont constants pour toutes les fréquences. Ceci est d'autant plus vrai que la dynamique en fréquence n'est que d'environ 5 entre le 1^{er} et le 4^e mode ($\frac{f_{contact4}}{f_{contact1}} \approx 5$). Cela ne serait certainement pas exact sur une dynamique de 10^3 à 10^4 . Avec ces hypothèses, pour chacun des 4 jeux de 4 fréquences, il y a 4 paramètres à identifier : p_{3m}, p_{9m}, X_m et Z_m avec : $m \in [A_1, A_2, B_1, B_2]$, soit au total 16 paramètres à identifier et 16 fréquences pour le faire.
- La troisième hypothèse concerne également la loi de comportement à utiliser pour décrire l'élasticité du matériau. Dans le cas du SU-8 comme le chargement appliqué est faible, elle est indépendante par rapport à l'effet de substrat et aussi par rapport au chargement. Le module de Young E_S et le coefficient de Poisson ν_S recherchés sont à priori constants pour tous les chargements appliqués. Avec cette hypothèse supplémentaire il est possible d'utiliser simultanément les 2 jeux de fréquences en chaque point. Cela permet de doubler le nombre de fréquences utilisées en augmentant peu le nombre de paramètres à identifier. En effet, le module de Young et le coefficient de Poisson étant les mêmes quel que soit le chargement, il ne faut donc considérer qu'un paramètre Z par point et deux paramètres X (un par valeur de chargement). Mais, connaissant la dépendance de X au chargement et au module d'élasticité (voir Eqs. (1.22) et (1.60)), l'identification est faite avec seulement le paramètre E_S^* . De plus, le paramètre p_3 lié à la pointe est indépendant du chargement. L'hypothèse suivante est que la dépendance du paramètre p_9 au chargement est connue :

$$p_9(p_{9_0}, p_{9_a}, z, E_S^*) = p_{9_0}^t [1 \ 1 \ 1 \ 1 \ 1 \ 1 \ 1 \ 1] \\ + p_{9_a} \begin{bmatrix} a(z_1, E_S^*)^3 & a(z_1, E_S^*)^3 & a(z_1, E_S^*)^3 & a(z_1, E_S^*)^3 \\ a(z_2, E_S^*)^3 & a(z_2, E_S^*)^3 & a(z_2, E_S^*)^3 & a(z_2, E_S^*)^3 \end{bmatrix} \quad (1.87)$$

avec : p_9 un vecteur à 8 composantes : 4 pour z_1 et 4 pour z_2 , p_{9_0} et p_{9_a} les paramètres de modélisation à déterminer. L'existence de p_{9_0} et p_{9_a} avait été montrée dans la partie 1.2.3.2.1 (voir Eqs. (1.53) et (1.59)). p_{9_0} est un paramètre supplémentaire pour pallier à une éventuelle erreur de mesure de la distance d'appui z .

Dans ce cas, pour chaque point, il y a 2 couples de 2 jeux de 4 fréquences pour 5 paramètres à identifier par couple : $p_{3m}, p_{9_{0m}}, p_{9_{am}}, E_{S_m}^*$ et Z_m avec $m \in [A, B]$, soit au total 10 paramètres à identifier et 16 fréquences pour le faire.

- La dernière hypothèse concerne la pointe, elle reste la même pour chaque chargement mais aussi pour chaque point de mesure donc un seul paramètre p_3 suffit pour toutes les mesures (indépendamment du point de mesure et du chargement).

Dans ce cas, il y a 16 fréquences pour identifier 9 paramètres : $p_3, p_{9_{0A}}, p_{9_{0B}}, p_{9_{aA}}, p_{9_{aB}}, E_{SA}^*, E_{SB}^*, Z_A$ et Z_B . Ce cas est le plus optimal car il permet d'utiliser toutes les données pour identifier un nombre minimum de paramètres.

La procédure d'identification utilisée est présentée ci-dessous et elle est basée sur la procédure décrite dans la partie 1.3.4. Cependant, il est nécessaire de la modifier légèrement pour l'adapter à la situation et pouvoir utiliser les 16 fréquences disponibles en une fois pour identifier seulement 9 paramètres, comme précédemment décrit. La procédure d'identification est décrite par les schémas des figures 1.40 et 1.41.

Commençons par écrire la condition de résonance, il y a une condition de résonance par point de mesure :

$$\begin{cases} \mathcal{R}_{\text{contact}_A / p_{9_A}^2} (f_{\text{contact}_A}, \tilde{p}_0, \tilde{p}_1, \tilde{p}_2, p_3, \tilde{p}_4, \tilde{p}_5, \tilde{p}_6, \tilde{p}_7, \tilde{p}_8, p_{9_A} (p_{9_{0A}}, p_{9_{aA}}), X_A (E_{SA}^*), Z_A) = \vec{0} \\ \mathcal{R}_{\text{contact}_B / p_{9_B}^2} (f_{\text{contact}_B}, \tilde{p}_0, \tilde{p}_1, \tilde{p}_2, p_3, \tilde{p}_4, \tilde{p}_5, \tilde{p}_6, \tilde{p}_7, \tilde{p}_8, p_{9_B} (p_{9_{0B}}, p_{9_{aB}}), X_B (E_{SB}^*), Z_B) = \vec{0} \end{cases} \quad (1.88)$$

$\mathcal{R}_{A / p_{9_A}^2}$ et $\mathcal{R}_{B / p_{9_B}^2}$ sont 2 vecteurs à 8 composantes : 2 vecteurs pour les 2 points de mesure et 8 composantes pour les 4 fréquences des 2 jeux de mesures, chacun pour une distance d'appui.

Les 2 conditions de résonance sont linéaires par rapport à p_{9_0} et p_{9_a} , il est donc possible de les réécrire sous la forme suivante :

$$\begin{cases} \mathcal{R}_{\text{contact}_A / p_{9_A}^2} (f_{\text{contact}_{cal}_A}, p_3, p_{9_A} (p_{9_{0A}}, p_{9_{aA}}, E_{SA}^*), X_A (E_{SA}^*), Z_A) = C_{1A} (f_{\text{contact}_{cal}_A}, p_3, X_A (E_{SA}^*), Z_A) p_{9_{0A}} \\ \quad + C_{1A} (f_{\text{contact}_{cal}_A}, p_3, X_A (E_{SA}^*), Z_A) a (E_{SA}^*)^3 p_{9_{aA}} + C_{2A} (f_{\text{contact}_{cal}_A}, p_3, X_A (E_{SA}^*), Z_A) \\ \mathcal{R}_{\text{contact}_B / p_{9_B}^2} (f_{\text{contact}_{cal}_B}, p_3, p_{9_B} (p_{9_{0B}}, p_{9_{aB}}, E_{SB}^*), X_B (E_{SB}^*), Z_B) = C_{1B} (f_{\text{contact}_{cal}_B}, p_3, X_B (E_{SB}^*), Z_B) p_{9_{0B}} \\ \quad + C_{1B} (f_{\text{contact}_{cal}_B}, p_3, X_B (E_{SB}^*), Z_B) a (E_{SB}^*)^3 p_{9_{aB}} + C_{2B} (f_{\text{contact}_{cal}_B}, p_3, X_B (E_{SB}^*), Z_B) \end{cases} \quad (1.89)$$

avec : C_{1A}, C_{2A}, C_{1B} et C_{2B} des vecteurs à 8 composantes qui sont données par les équations (A.24) et (A.25).

Il est alors possible d'obtenir linéairement les valeurs optimales $p_{\tilde{g}_{0A}}$, $p_{\tilde{g}_{aA}}$, $p_{\tilde{g}_{0B}}$ et $p_{\tilde{g}_{aB}}$ qui minimisent respectivement les résidus $\eta_{contact0A}^2$ et $\eta_{contact0B}^2$:

$$\left\{ \begin{array}{l} \eta_{contact0A}^2 \left(f_{contact_{calA}}, p_3, p_{9A} \left(p_{\tilde{g}_{0A}}, p_{\tilde{g}_{aA}}, E_{SA}^* \right), X_A \left(E_{SA}^* \right), Z_A \right) \\ = \min_{p_{90A}, p_{9aA}} \left\| \mathcal{R}_{contactA/p_{9A}^2} \left(f_{contact_{calA}}, p_3, p_{9A} \left(p_{90A}, p_{9aA}, E_{SA}^* \right), X_A \left(E_{SA}^* \right), Z_A \right) \right\|^2 \\ = \left\| \mathcal{R}_{contactA/p_{9A}^2} \left(f_{contact_{calA}}, p_3, p_{9A} \left(p_{\tilde{g}_{0A}}, p_{\tilde{g}_{aA}}, E_{SA}^* \right), X_A \left(E_{SA}^* \right), Z_A \right) \right\|^2 \\ \eta_{contact0B}^2 \left(f_{contact_{calB}}, p_3, p_{9B} \left(p_{\tilde{g}_{0B}}, p_{\tilde{g}_{aB}}, E_{SB}^* \right), X_B \left(E_{SB}^* \right), Z_B \right) \\ = \min_{p_{90B}, p_{9aB}} \left\| \mathcal{R}_{contactB/p_{9B}^2} \left(f_{contact_{calB}}, p_3, p_{9B} \left(p_{90B}, p_{9aB}, E_{SB}^* \right), X_B \left(E_{SB}^* \right), Z_B \right) \right\|^2 \\ = \left\| \mathcal{R}_{contactB/p_{9B}^2} \left(f_{contact_{calB}}, p_3, p_{9B} \left(p_{\tilde{g}_{0B}}, p_{\tilde{g}_{aB}}, E_{SB}^* \right), X_B \left(E_{SB}^* \right), Z_B \right) \right\|^2 \end{array} \right. \quad (1.90)$$

Les valeurs optimales $p_{\tilde{g}_{0A}}$, $p_{\tilde{g}_{aA}}$, $p_{\tilde{g}_{0B}}$ et $p_{\tilde{g}_{aB}}$ sont obtenues par la résolution des systèmes d'équations linéaires, dont les solutions s'écrivent :

$$\left\{ \begin{array}{l} \begin{pmatrix} p_{\tilde{g}_{0A}} \\ p_{\tilde{g}_{aA}} \end{pmatrix} = - \left({}^t [C_{1A}; C_{1A} a^3] \cdot [C_{1A}; C_{1A} a^3] \right)^{-1} \cdot \left({}^t [C_{1A}; C_{1A} a^3] \cdot C_{2A} \right) \\ \begin{pmatrix} p_{\tilde{g}_{0B}} \\ p_{\tilde{g}_{aB}} \end{pmatrix} = - \left({}^t [C_{1B}; C_{1B} a^3] \cdot [C_{1B}; C_{1B} a^3] \right)^{-1} \cdot \left({}^t [C_{1B}; C_{1B} a^3] \cdot C_{2B} \right) \end{array} \right. \quad (1.91)$$

Les systèmes linéaires sont surdéterminés et peuvent être résolus grâce à la stationnarité de la condition de résonance, les valeurs de $\eta_{contact0A}^2$ et $\eta_{contact0B}^2$ sont alors non nulles. Si $p_{\tilde{g}_A} < 0$ ou $p_{\tilde{g}_{aA}} < 0$ et $p_{\tilde{g}_B} < 0$ ou $p_{\tilde{g}_{aB}} < 0$, les valeurs nominales ($p_{90A} = 0$, $p_{9aA} = 0$ et $p_{90B} = 0$, $p_{9aB} = 0$) ou obtenues à l'itération précédente sont conservées (voir Fig. 1.40). $p_{\tilde{g}_{0A}}$, $p_{\tilde{g}_{aA}}$, $p_{\tilde{g}_{0B}}$ et $p_{\tilde{g}_{aB}}$ étant fixés, les conditions de résonance sont linéaires par rapport à p_3^2 (le même pour les deux conditions), il est donc possible de les réécrire sous la forme d'une seule condition de résonance :

$$\left(\begin{array}{l} \mathcal{R}_{contactA/p_{9A}^2} \left(f_{contact_{calA}}, p_3, p_{9A} \left(p_{\tilde{g}_{0A}}, p_{\tilde{g}_{aA}}, E_{SA}^* \right), X_A \left(E_{SA}^* \right), Z_A \right) \\ \mathcal{R}_{contactB/p_{9B}^2} \left(f_{contact_{calB}}, p_3, p_{9B} \left(p_{\tilde{g}_{0B}}, p_{\tilde{g}_{aB}}, E_{SB}^* \right), X_B \left(E_{SB}^* \right), Z_B \right) \end{array} \right) \\ = \left(\begin{array}{l} D_{1A} \left(f_{contact_{calA}}, p_{9A} \left(p_{\tilde{g}_{0A}}, p_{\tilde{g}_{aA}}, E_{SA}^* \right), X_A \left(E_{SA}^* \right), Z_A \right) \\ D_{1B} \left(f_{contact_{calB}}, p_{9B} \left(p_{\tilde{g}_{0B}}, p_{\tilde{g}_{aB}}, E_{SB}^* \right), X_B \left(E_{SB}^* \right), Z_B \right) \end{array} \right) p_3^2 \\ + \left(\begin{array}{l} D_{2A} \left(f_{contact_{calA}}, p_{9A} \left(p_{\tilde{g}_{0A}}, p_{\tilde{g}_{aA}}, E_{SA}^* \right), X_A \left(E_{SA}^* \right), Z_A \right) \\ D_{2B} \left(f_{contact_{calB}}, p_{9B} \left(p_{\tilde{g}_{0B}}, p_{\tilde{g}_{aB}}, E_{SB}^* \right), X_B \left(E_{SB}^* \right), Z_B \right) \end{array} \right) \quad (1.92)$$

avec : D_{1A} , D_{2A} , D_{1B} et D_{2B} des vecteurs à 8 composantes qui sont données par les équations (A.27) et (A.28).

Il est alors possible d'obtenir linéairement la valeur optimale \tilde{p}_3^2 qui minimise le résidu $\eta_{contact1AB}^2$:

$$\begin{aligned}
 \eta_{contact1AB}^2 & \left(f_{contactcal}, \tilde{p}_3, p_{9A} \left(p\tilde{g}_{0A}, p\tilde{g}_{aA}, E_{SA}^* \right), p_{9B} \left(p\tilde{g}_{0B}, p\tilde{g}_{aB}, E_{SB}^* \right), X_A \left(E_{SA}^* \right), X_B \left(E_{SB}^* \right), Z_A, Z_B \right) \\
 &= \min_{\tilde{p}_3^2} \left(\left\| \mathcal{R}_{contactA/p\tilde{g}_A^2} \left(f_{contactcalA}, \tilde{p}_3, p_{9A} \left(p\tilde{g}_{0A}, p\tilde{g}_{aA}, E_{SA}^* \right), X_A \left(E_{SA}^* \right), Z_A \right) \right\|^2 \right. \\
 &\quad \left. + \left\| \mathcal{R}_{contactB/p\tilde{g}_B^2} \left(f_{contactcalB}, \tilde{p}_3, p_{9B} \left(p\tilde{g}_{0B}, p\tilde{g}_{aB}, E_{SB}^* \right), X_B \left(E_{SB}^* \right), Z_B \right) \right\|^2 \right) \\
 &= \left(\left\| \mathcal{R}_{contactA/p\tilde{g}_A^2} \left(f_{contactcalA}, \tilde{p}_3, p_{9A} \left(p\tilde{g}_{0A}, p\tilde{g}_{aA}, E_{SA}^* \right), X_A \left(E_{SA}^* \right), Z_A \right) \right\|^2 \right. \\
 &\quad \left. + \left\| \mathcal{R}_{contactB/p\tilde{g}_B^2} \left(f_{contactcalB}, \tilde{p}_3, p_{9B} \left(p\tilde{g}_{0B}, p\tilde{g}_{aB}, E_{SB}^* \right), X_B \left(E_{SB}^* \right), Z_B \right) \right\|^2 \right) \\
 &= \eta_{contact1A}^2 \left(f_{contactcalA}, \tilde{p}_3, p_{9A} \left(p\tilde{g}_{0A}, p\tilde{g}_{aA}, E_{SA}^* \right), X_A \left(E_{SA}^* \right), Z_A \right) \\
 &\quad + \eta_{contact1B}^2 \left(f_{contactcalB}, \tilde{p}_3, p_{9B} \left(p\tilde{g}_{0B}, p\tilde{g}_{aB}, E_{SB}^* \right), X_B \left(E_{SB}^* \right), Z_B \right)
 \end{aligned} \tag{1.93}$$

Au passage, définissons les résidus $\eta_{contact1A}^2$ et $\eta_{contact1B}^2$ qui servent pour réaliser des cartes de résidus :

$$\left\{ \begin{aligned}
 \eta_{contact1A}^2 & \left(f_{contactcalA}, \tilde{p}_3, p_{9A} \left(p\tilde{g}_{0A}, p\tilde{g}_{aA}, E_{SA}^* \right), X_A \left(E_{SA}^* \right), Z_A \right) \\
 &= \left\| \mathcal{R}_{contactA/p\tilde{g}_A^2} \left(f_{contactcalA}, \tilde{p}_3, p_{9A} \left(p\tilde{g}_{0A}, p\tilde{g}_{aA}, E_{SA}^* \right), X_A \left(E_{SA}^* \right), Z_A \right) \right\|^2 \\
 \eta_{contact1B}^2 & \left(f_{contactcalB}, \tilde{p}_3, p_{9B} \left(p\tilde{g}_{0B}, p\tilde{g}_{aB}, E_{SB}^* \right), X_B \left(E_{SB}^* \right), Z_B \right) \\
 &= \left\| \mathcal{R}_{contactB/p\tilde{g}_B^2} \left(f_{contactcalB}, \tilde{p}_3, p_{9B} \left(p\tilde{g}_{0B}, p\tilde{g}_{aB}, E_{SB}^* \right), X_B \left(E_{SB}^* \right), Z_B \right) \right\|^2
 \end{aligned} \right. \tag{1.94}$$

La résolution du système linéaire mène à la valeur optimale \tilde{p}_3^2 :

$$\tilde{p}_3^2 = - \left[\begin{pmatrix} D_{1A} \\ D_{1B} \end{pmatrix} \cdot \begin{pmatrix} D_{1A} \\ D_{1B} \end{pmatrix} \right]^{-1} \cdot \left[\begin{pmatrix} D_{1A} \\ D_{1B} \end{pmatrix} \cdot \begin{pmatrix} D_{2A} \\ D_{2B} \end{pmatrix} \right] \tag{1.95}$$

Le système linéaire est surdéterminé et peut être résolu grâce à la stationnarité de la condition de résonance, la valeur de $\eta_{contact1AB}^2$ est alors non nulle. Si $\tilde{p}_3^2 < 0$, la valeur nominale ou obtenue à l'itération précédente est conservée (voir Fig. 1.40).

\tilde{p}_3 étant fixé, les conditions de résonance sont linéaires par rapport à Z_A et Z_B , il est donc possible de les réécrire sous la forme suivante :

$$\left\{ \begin{array}{l} \mathcal{R}_{contact_A/p_{\tilde{p}_3}^2} \left(f_{contact_{cal_A}}, \tilde{p}_3, p_{9_A} \left(p_{\tilde{p}_{0_A}}, p_{\tilde{p}_{a_A}}, E_{S_A}^* \right), X_A \left(E_{S_A}^* \right), Z_A \right) \\ \quad = E_{1_A} \left(f_{contact_{cal_A}}, \tilde{p}_3, p_{9_A} \left(p_{\tilde{p}_{0_A}}, p_{\tilde{p}_{a_A}}, E_{S_A}^* \right), X_A \left(E_{S_A}^* \right) \right) Z_A \\ \quad \quad + E_{2_A} \left(f_{contact_{cal_A}}, \tilde{p}_3, p_{9_A} \left(p_{\tilde{p}_{0_A}}, p_{\tilde{p}_{a_A}}, E_{S_A}^* \right), X_A \left(E_{S_A}^* \right) \right) \\ \mathcal{R}_{contact_B/p_{\tilde{p}_3}^2} \left(f_{contact_{cal_B}}, \tilde{p}_3, p_{9_B} \left(p_{\tilde{p}_{0_B}}, p_{\tilde{p}_{a_B}}, E_{S_B}^* \right), X_B \left(E_{S_B}^* \right), Z_B \right) \\ \quad = E_{1_B} \left(f_{contact_{cal_B}}, \tilde{p}_3, p_{9_B} \left(p_{\tilde{p}_{0_B}}, p_{\tilde{p}_{a_B}}, E_{S_B}^* \right), X_B \left(E_{S_B}^* \right) \right) Z_B \\ \quad \quad + E_{2_B} \left(f_{contact_{cal_B}}, \tilde{p}_3, p_{9_B} \left(p_{\tilde{p}_{0_B}}, p_{\tilde{p}_{a_B}}, E_{S_B}^* \right), X_B \left(E_{S_B}^* \right) \right) \end{array} \right. \quad (1.96)$$

avec : E_{1_A} , E_{2_A} , E_{1_B} et E_{2_B} des vecteurs à 8 composantes qui sont données par les équations (A.30) et (A.31).

Il est alors possible d'obtenir linéairement les valeurs optimales \tilde{Z}_A et \tilde{Z}_B qui minimisent respectivement les résidus $\eta_{contact_{2_A}}^2$ et $\eta_{contact_{2_B}}^2$:

$$\left\{ \begin{array}{l} \eta_{contact_{2_A}}^2 \left(f_{contact_{cal_A}}, \tilde{p}_3, p_{9_A} \left(p_{\tilde{p}_{0_A}}, p_{\tilde{p}_{a_A}}, E_{S_A}^* \right), X_A \left(E_{S_A}^* \right), \tilde{Z}_A \right) \\ \quad = \min_{Z_A} \left\| \mathcal{R}_{contact_A/p_{\tilde{p}_3}^2} \left(f_{contact_{cal_A}}, \tilde{p}_3, p_{9_A} \left(p_{\tilde{p}_{0_A}}, p_{\tilde{p}_{a_A}}, E_{S_A}^* \right), X_A \left(E_{S_A}^* \right), Z_A \right) \right\|^2 \\ \quad = \left\| \mathcal{R}_{contact_A/p_{\tilde{p}_3}^2} \left(f_{contact_{cal_A}}, \tilde{p}_3, p_{9_A} \left(p_{\tilde{p}_{0_A}}, p_{\tilde{p}_{a_A}}, E_{S_A}^* \right), X_A \left(E_{S_A}^* \right), \tilde{Z}_A \right) \right\|^2 \\ \eta_{contact_{2_B}}^2 \left(f_{contact_{cal_B}}, \tilde{p}_3, p_{9_B} \left(p_{\tilde{p}_{0_B}}, p_{\tilde{p}_{a_B}}, E_{S_B}^* \right), X_B \left(E_{S_B}^* \right), \tilde{Z}_B \right) \\ \quad = \min_{Z_B} \left\| \mathcal{R}_{contact_B/p_{\tilde{p}_3}^2} \left(f_{contact_{cal_B}}, \tilde{p}_3, p_{9_B} \left(p_{\tilde{p}_{0_B}}, p_{\tilde{p}_{a_B}}, E_{S_B}^* \right), X_B \left(E_{S_B}^* \right), Z_B \right) \right\|^2 \\ \quad = \left\| \mathcal{R}_{contact_B/p_{\tilde{p}_3}^2} \left(f_{contact_{cal_B}}, \tilde{p}_3, p_{9_B} \left(p_{\tilde{p}_{0_B}}, p_{\tilde{p}_{a_B}}, E_{S_B}^* \right), X_B \left(E_{S_B}^* \right), \tilde{Z}_B \right) \right\|^2 \end{array} \right. \quad (1.97)$$

La valeur optimale \tilde{Z} est obtenue par résolution du système d'équations linéaires, la solution est :

$$\left\{ \begin{array}{l} \tilde{Z}_A = - \left({}^t E_{1_A} \cdot E_{1_A} \right)^{-1} \cdot \left({}^t E_{1_A} \cdot E_{2_A} \right) \\ \tilde{Z}_B = - \left({}^t E_{1_B} \cdot E_{1_B} \right)^{-1} \cdot \left({}^t E_{1_B} \cdot E_{2_B} \right) \end{array} \right. \quad (1.98)$$

Les systèmes linéaires sont surdéterminés et peuvent être résolus grâce à la stationnarité de la condition de résonance, les valeurs de $\eta_{contact_{2_A}}^2$ et $\eta_{contact_{2_B}}^2$ sont alors non nulles. Si $\tilde{Z}_A < \frac{1}{3}$ ou $\tilde{Z}_A > \frac{1}{2}$ et $\tilde{Z}_B < \frac{1}{3}$ ou $\tilde{Z}_B > \frac{1}{2}$, les valeurs nominales ou obtenues à l'itération précédente sont conservées (voir Fig. 1.40).

Enfin, les résidus $\eta_{contact_{2A}}^2$ et $\eta_{contact_{2B}}^2$ sont minimisés, respectivement par rapport à E_{SA}^* et E_{SB}^* , à l'aide de la méthode du gradient conjugué de Polak-Ribière [37] :

$$\left\{ \begin{array}{l} \eta_{contact_{3A}}^2 \left(f_{contact_{calA}}, \tilde{p}_3, p_{\tilde{g}_A} \left(p_{\tilde{g}_{0A}}, p_{\tilde{g}_{aA}}, E_{SA}^* \right), \tilde{X}_A \left(E_{SA}^* \right), \tilde{Z}_A \right) \\ = \min_{E_{SA}^*} \eta_{contact_{2A}}^2 \left(f_{contact_{calA}}, \tilde{p}_3, p_{\tilde{g}_A} \left(p_{\tilde{g}_{0A}}, p_{\tilde{g}_{aA}}, E_{SA}^* \right), \tilde{X}_A \left(E_{SA}^* \right), \tilde{Z}_A \right) \\ = \left\| \mathcal{R}_{contact_A / p_{\tilde{g}_A}^2} \left(f_{contact_{calA}}, \tilde{p}_3, p_{\tilde{g}_A} \left(p_{\tilde{g}_{0A}}, p_{\tilde{g}_{aA}}, E_{SA}^* \right), \tilde{X}_A \left(E_{SA}^* \right), \tilde{Z}_A \right) \right\|^2 \\ \eta_{contact_{3B}}^2 \left(f_{contact_{calB}}, \tilde{p}_3, p_{\tilde{g}_B} \left(p_{\tilde{g}_{0B}}, p_{\tilde{g}_{aB}}, E_{SB}^* \right), \tilde{X}_B \left(E_{SB}^* \right), \tilde{Z}_B \right) \\ = \min_{E_{SB}^*} \eta_{contact_{2B}}^2 \left(f_{contact_{calB}}, \tilde{p}_3, p_{\tilde{g}_B} \left(p_{\tilde{g}_{0B}}, p_{\tilde{g}_{aB}}, E_{SB}^* \right), \tilde{X}_B \left(E_{SB}^* \right), \tilde{Z}_B \right) \\ = \left\| \mathcal{R}_{contact_B / p_{\tilde{g}_B}^2} \left(f_{contact_{calB}}, \tilde{p}_3, p_{\tilde{g}_B} \left(p_{\tilde{g}_{0B}}, p_{\tilde{g}_{aB}}, E_{SB}^* \right), \tilde{X}_B \left(E_{SB}^* \right), \tilde{Z}_B \right) \right\|^2 \end{array} \right. \quad (1.99)$$

La méthode du gradient conjugué est décrite par la figure 1.41, elle est itérative (indice j), ainsi si $\{E_{SA}^*\}$ ou $\{E_{SB}^*\}$ changent il faut recommencer les étapes linéaires. Les tolérances $tol_{E_{SA}^*}$ et $tol_{E_{SB}^*}$ sont choisies égales à $\pm 50\%$ par rapport à la valeur nominale afin de ne pas trop contraindre l'identification. Les dérivées de $\eta_{contact_{3A}}^2$ et de $\eta_{contact_{3B}}^2$ par rapport aux paramètres sont calculées analytiquement à partir de l'équation complète de la condition de résonance « en contact » (A.7).

Au final, les minima des résidus $\eta_{contact_{3A}}^2$ et $\eta_{contact_{3B}}^2$ sont obtenus pour les valeurs optimales des différents paramètres $\tilde{p}_3, p_{\tilde{g}_{0A}}, p_{\tilde{g}_{0B}}, p_{\tilde{g}_{aA}}, p_{\tilde{g}_{aB}}, \tilde{Z}_A, \tilde{Z}_B, E_{SA}^*$ et E_{SB}^* .

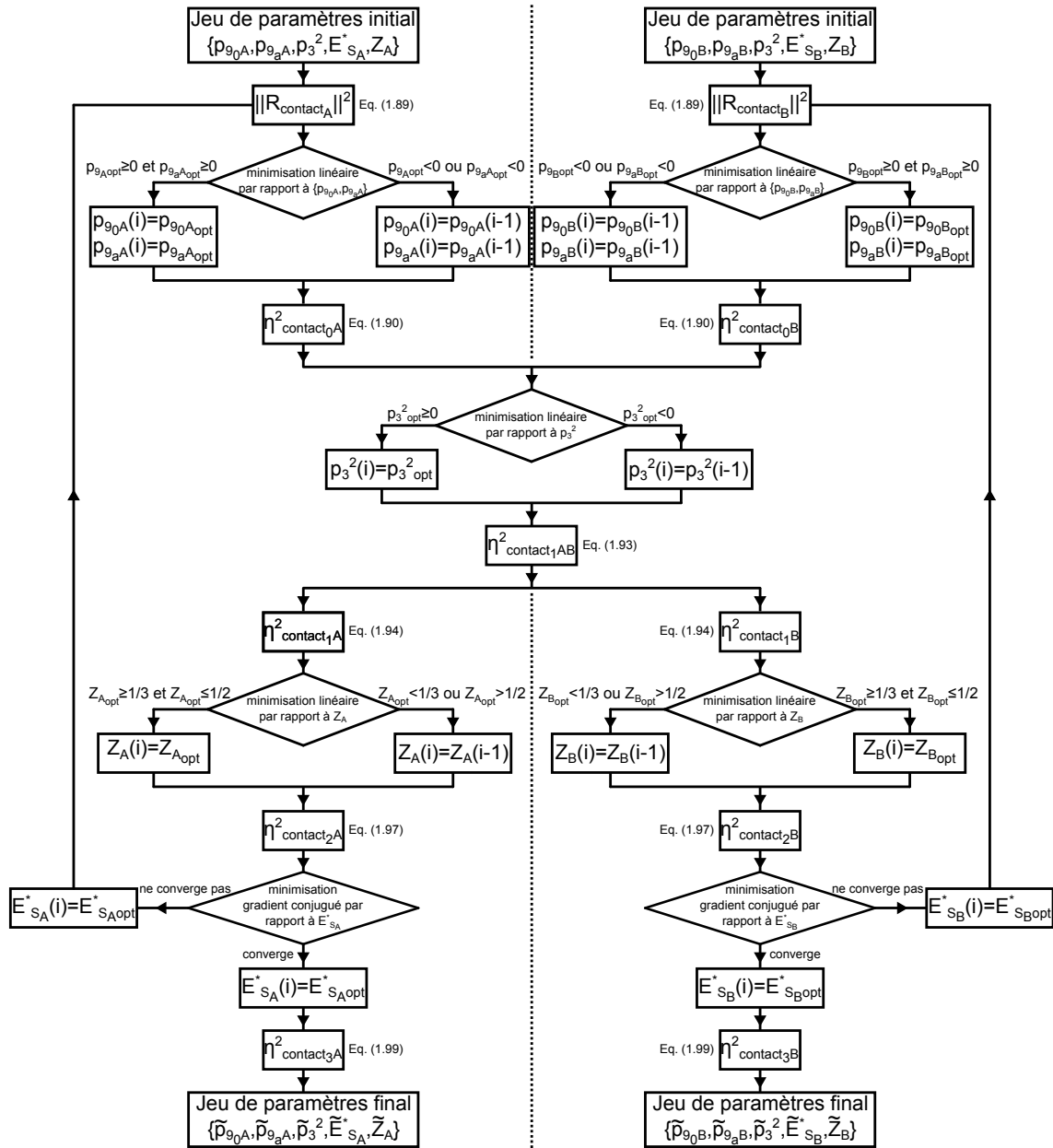


FIGURE 1.40 – Schéma de l’algorithme d’identification des constantes élastiques à partir des fréquences de résonance « en contact » dans le cas du SU-8.

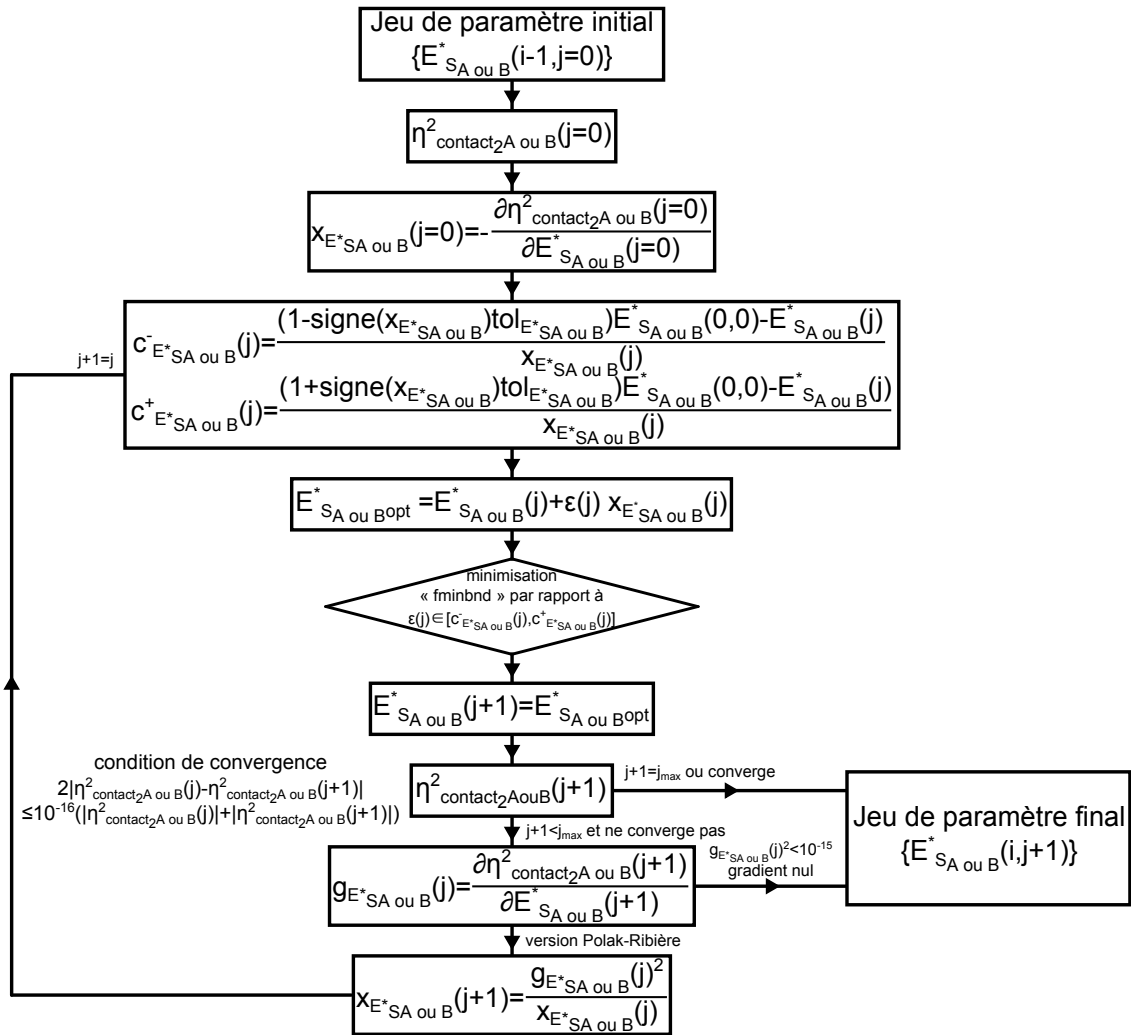


FIGURE 1.41 – Schéma de l’algorithme du gradient conjugué pour l’identification des constantes élastiques à partir des fréquences de résonance « en contact » dans le cas du SU-8.

Pour l'application de cette procédure d'identification, il y a besoin de valeurs initiales des paramètres pour la procédure de minimisation. La valeur de p_3 est obtenue à partir de simples mesures géométriques de la pointe (voir partie 1.2.1). Les paramètres $p_{\vartheta_{0A}}$, $p_{\vartheta_{0B}}$, $p_{\vartheta_{aA}}$ et $p_{\vartheta_{aB}}$ n'ont pas besoin de valeurs initiales du fait de la structure du résidu. Pour les valeurs initiales de Z_A , Z_B , $E_{S_A}^*$ et $E_{S_B}^*$, des cartes de résidus ont été tracées. Pour cela, les résidus $\eta_{\text{contact}_{1A}}^2$ et $\eta_{\text{contact}_{1B}}^2$ ont été calculés pour différentes valeurs de Z_A , Z_B , $E_{S_A}^*$ et $E_{S_B}^*$, ce qui donne les valeurs de \tilde{p}_3 , $\tilde{p}_{\vartheta_{0A}}$, $\tilde{p}_{\vartheta_{0B}}$, $\tilde{p}_{\vartheta_{aA}}$, $\tilde{p}_{\vartheta_{aB}}$. Les cartes ainsi obtenues correspondent à la Fig. 1.42. Les parties blanches correspondent aux identifications physiquement inadmissibles : $\tilde{p}_3^2 < 0$, $\tilde{p}_{\vartheta_{aA}} < 0$, $\tilde{p}_{\vartheta_{aB}} < 0$, $\tilde{p}_{\vartheta_A} < 0$, $\tilde{p}_{\vartheta_B} < 0$, $\tilde{p}_{\vartheta_A} > 1$ et $\tilde{p}_{\vartheta_B} > 1$. Les cartes font apparaître un minimum pour chaque résidu (zone sombre) et donnent les valeurs initiales Z_A , Z_B , $E_{S_A}^*$ et $E_{S_B}^*$ (traits en pointillés).

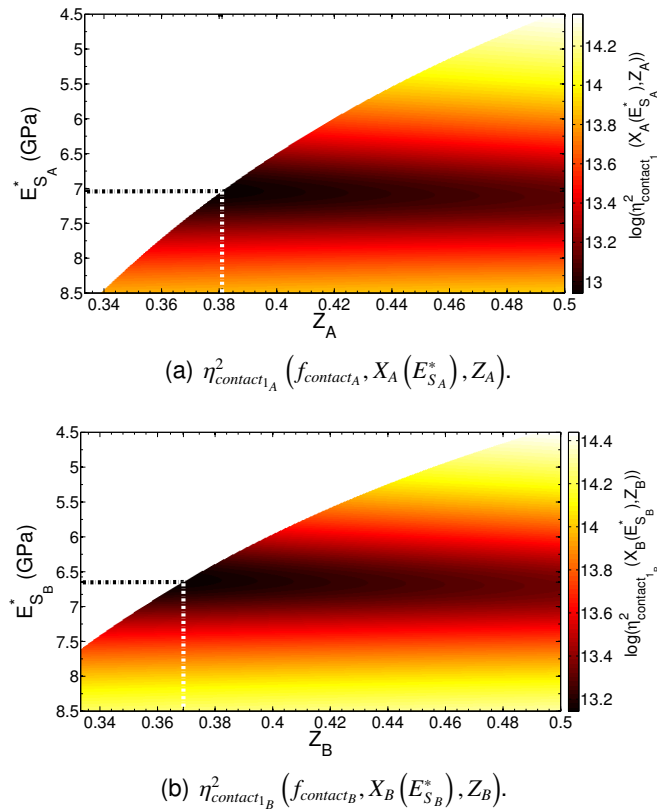


FIGURE 1.42 – Cartes de résidus $\eta_{\text{contact}_{1i}}^2(f_{\text{contact}_i}, X_i(E_{S_i}^*), Z_i)$ pour le SU-8.

A partir de toutes ces valeurs initiales, la procédure de minimisation complète peut être appliquée. Les tableaux 1.11, 1.12, 1.13, 1.14 et 1.15 résument les résultats obtenus.

Le tableau 1.11 présente les valeurs finales des résidus $\eta_{\text{contact}_{3A}}^2$ et $\eta_{\text{contact}_{3B}}^2$ ainsi que celles des écarts relatifs en fréquence q_i et Q (voir Eqs. (1.74) et (1.75)). Pour les 2 points de mesure les résidus proviennent principalement des 4^e modes, ils ne sont pas pour autant les moins bien recalés comme le montrent leurs écarts relatifs respectifs en fréquence. A noter que l'ordre de grandeur des résidus peut paraître très élevé, cela vient du fait que les résidus sont calculés directement à partir des conditions de résonance sans aucune normalisation. Il en ressort des valeurs très élevées et d'ordre de grandeur différent selon le mode concerné dès que la fréquence de résonance théorique (prévue par la condition de résonance) s'écarte légèrement de la fréquence de résonance expérimentale.

Résidus et écarts relatifs en fréquence de l'identification « en contact » sur le SU-8				
Point A				
	$z_{A_1} = 0,5 \mu m$	$z_{A_2} = 0,75 \mu m$	$z_{A_1} = 0,5 \mu m$	$z_{A_2} = 0,75 \mu m$
Mode	Résidu par mode		q_i	
1	$3,31.10^{10}$	$1,62.10^{10}$	$3,01.10^{-3}$	$1,54.10^{-3}$
2	$6,31.10^8$	$6,15.10^8$	$1,05.10^{-3}$	$1,72.10^{-3}$
3	$1,02.10^9$	$1,08.10^9$	$1,23.10^{-3}$	$2,07.10^{-3}$
4	$4,68.10^{12}$	$1,01.10^{13}$	$8,38.10^{-4}$	$1,63.10^{-3}$
Résidu global / Q	$1,49.10^{13}$		$1,64.10^{-3}$	
Point B				
	$z_{B_1} = 0,5 \mu m$	$z_{B_2} = 0,75 \mu m$	$z_{B_1} = 0,5 \mu m$	$z_{B_2} = 0,75 \mu m$
Mode	Résidu par mode		q_i	
1	$3,33.10^9$	$5,17.10^8$	$4,95.10^{-4}$	$9,28.10^{-5}$
2	$3,04.10^9$	$2,81.10^9$	$3,53.10^{-3}$	$4,26.10^{-3}$
3	$1,97.10^8$	$1,81.10^8$	$3,12.10^{-4}$	$4,38.10^{-4}$
4	$2,74.10^{12}$	$6,29.10^{12}$	$5,30.10^{-4}$	$1,12.10^{-3}$
Résidu global / Q	$9,04.10^{12}$		$1,34.10^{-3}$	

TABLE 1.11 – Résidus et écarts relatifs en fréquence de l'identification « en contact » sur le SU-8.

Le tableau 1.12 contient les fréquences recalées des différents jeux de mesures et permet de les comparer aux valeurs des fréquences extraites. Elles ne s'écartent au maximum que de 7% des valeurs expérimentales.

Fréquences recalées « en contact » sur le SU-8				
Point A				
	$z_{A1} = 0,5 \mu m$		$z_{A2} = 0,75 \mu m$	
Mode	Fréquence extraite	Fréquence recalée	Fréquence extraite	Fréquence recalée
1	25841 Hz	24423 Hz	26585 Hz	25541 Hz
2	45003 Hz	46461 Hz	45678 Hz	47575 Hz
3	50844 Hz	49060 Hz	50999 Hz	48679 Hz
4	113695 Hz	110403 Hz	114277 Hz	109670 Hz
Point B				
	$z_{B1} = 0,5 \mu m$		$z_{B2} = 0,75 \mu m$	
Mode	Fréquence extraite	Fréquence recalée	Fréquence extraite	Fréquence recalée
1	24664 Hz	24115 Hz	25277 Hz	25200 Hz
2	43521 Hz	46107 Hz	44106 Hz	46894 Hz
3	50022 Hz	49139 Hz	50007 Hz	48960 Hz
4	113136 Hz	110532 Hz	113170 Hz	109390 Hz

TABLE 1.12 – Fréquences recalées « en contact » sur le SU-8.

Le tableau 1.13 donne les valeurs optimales des paramètres de modélisation et constitutifs obtenus par la procédure d'identification. Les valeurs de E_S^* et Z correspondent aux valeurs attendues pour un échantillon de SU-8 [35]. p_3 reste très proche de sa valeur nominale qui est 5,41. Les valeurs des p_{9_0} sont négatives ce qui signifie que les chargements doivent être légèrement surévalués, elles sont néanmoins très petites devant 1. Enfin les p_{9_a} ont un ordre de grandeur acceptable sachant que les p_9 doivent être très petits devant 1 et que $a^3 \sim 10^{-19} m^3$ (voir Eq. (1.87)).

Paramètres identifiés pour le SU-8		
Paramètre	Point A	Point B
E_S^*	7,04 GPa	6,65 GPa
Z	0,381	0,369
p_3	5,40	
p_{9_0}	$-3,21 \cdot 10^{-3}$	$-2,33 \cdot 10^{-2}$
p_{9_a}	$3,76 \cdot 10^{17} m^{-3}$	$4,40 \cdot 10^{17} m^{-3}$

TABLE 1.13 – Paramètres identifiés pour le SU-8.

Le tableau 1.14 contient les valeurs obtenues pour les constantes élastiques E_S et ν_S du SU-8. Il est à noter qu'il existe une légère différence entre les valeurs aux points A et B ce qui peut être imputable aux erreurs de mesure, à leur variabilité ou qu'à l'échelle locale les constantes élastique du matériau peuvent varier d'un point à l'autre.

Propriétés mécaniques élastiques du SU-8		
Propriété	Point A	Point B
E_S^*	7,04 GPa	6,65 GPa
E_S	6,00 GPa	5,50 GPa
ν_S	0,384	0,416

TABLE 1.14 – Propriétés mécaniques élastiques du SU-8.

Enfin, le tableau 1.15 donne les valeurs des différents paramètres obtenues après identification. Il contient la force d'appui sur la pointe F_0 , le paramètre constitutif X , le rayon de contact a , le paramètre p_9 qui est comme voulu très petit devant 1 (rendant le terme en p_9^2 de la condition de résonance négligeable), le déplacement sous la pointe δ , la profondeur réduite $\frac{\delta}{e_S}$ et le rapport entre le rayon de contact et l'épaisseur de l'échantillon $\frac{a}{e_S}$.

Différents paramètres issus de l'identification pour le SU-8				
	Point A		Point B	
	z_{A_1}	z_{A_2}	z_{B_1}	z_{B_2}
F_0	$-84,9 \mu N$	$-129 \mu N$	$-84,7 \mu N$	$-128 \mu N$
X	24,4	31,4	26,4	30,2
a	514 nm	589 nm	524 nm	600 nm
$p_9 = \frac{\Delta m}{m_T}$	$4,78 \cdot 10^{-2}$	$7,37 \cdot 10^{-2}$	$3,98 \cdot 10^{-2}$	$7,18 \cdot 10^{-2}$
δ	$-17,6 nm$	$-23,1 nm$	$-18,3 nm$	$-24,0 nm$
$\frac{\delta}{e_S}$	$-8,80 \cdot 10^{-4}$	$-1,16 \cdot 10^{-3}$	$-9,13 \cdot 10^{-4}$	$-1,20 \cdot 10^{-3}$
$\frac{a}{e_S}$	$2,57 \cdot 10^{-2}$	$2,95 \cdot 10^{-2}$	$2,62 \cdot 10^{-2}$	$3,00 \cdot 10^{-2}$

TABLE 1.15 – Différents paramètres issus de l'identification pour le SU-8.

1.3.5.4/ COMPARAISON DES RÉSULTATS OBTENUS SUR LE SU-8

L'échantillon de SU-8 ayant été choisi afin de valider la technique, les précédents résultats sont comparés à ceux issus d'autres méthodes de caractérisation.

La figure 1.43 montre les résultats $E_s^* = f\left(\frac{h}{e_s}\right)$ du module biaxé en fonction de la profondeur réduite (profondeur d'indentation h rapportée à l'épaisseur du film e_s) obtenus sur un film de SU-8 identique au nôtre et sollicité en nano- et ultra-nanoindentation. Plusieurs types de sollicitations (CSM et CMC) (voir Annexe C pour les explications sur ces techniques de caractérisation) ont été réalisées sur deux nanoindenteurs différents (NanoIndenteur II^S et NanoIndenteur de chez CSM Instruments). Globalement, toutes les méthodes donnent des valeurs de E_s^* assez proches lorsque $\frac{h}{e_s}$ est petit. Cependant les résultats de nanoindentation dynamique (CSM à 45 Hz (triangles)) et quasi-statique (CMC (losanges)) montrent que lorsque l'indentation augmente l'effet du substrat en Si se fait sentir, ce qui fait augmenter le module d'élasticité mesuré. A noter que les deux courbes sont distinctes parce que les rayons de pointe des deux indenteurs Berkovich utilisés sont différents ($R \sim 500 \text{ nm}$ pour la technique CSM avec le NanoIndenteur II^S et $R \sim 100 \text{ nm}$ pour les deux têtes de nano- et d'ultra-nanoindentation selon la procédure CMC avec le NanoIndenteur de chez CSM Instruments). Cela montre que l'enfoncement choisi pour les mesures sur le SMM (voir valeurs de la profondeur réduite sous la pointe 1.15) permet de s'affranchir de cet effet de substrat. Les résultats d'ultra-nanoindentation (cercles, carrés et étoiles bleus) montrent qu'il existe une certaine dispersion expérimentale entre les points de mesure, l'écart type de cette dispersion est de $0,318 \text{ GPa}$.

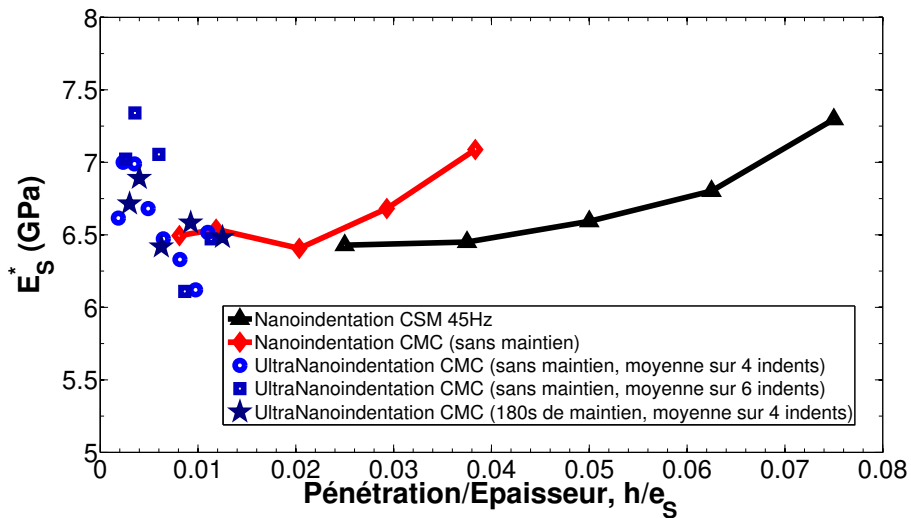


FIGURE 1.43 – Module d'indentation en fonction de l'enfoncement pour le SU-8. Comparaison des résultats obtenus par différentes méthodes en nanoindentation.

Les figures suivantes 1.44 et 1.45 montrent, respectivement, le chargement en fonction du temps et de la profondeur d'indentation pour les essais d'ultra-nanoindentation avec la méthode CMC, avec ou sans temps de maintien et pour 2 indents différents. Dans le cas avec maintien, à chaque cycle, le chargement maximum est maintenu 180 s mais les phases de chargement et déchargement restent identiques au cas sans maintien. La superposition des courbes bleues et rouges montrent la répétabilité de la méthode sur l'échantillon de SU-8. Sur les courbes en fonction de l'enfoncement, il est à remarquer

que pour le chargement maximum ($\approx 300 \mu N$), l'indentation est à peu près le même ($\approx 225 \text{ nm}$), avec ou sans temps de maintien. Ceci montre que pour cet échantillon, il n'y a pas ou peu de fluage, donc le caractère visqueux est négligeable. Ainsi, la mesure du module d'indentation à la décharge donne sensiblement les mêmes résultats à chaque cycle et indépendamment du temps de maintien.

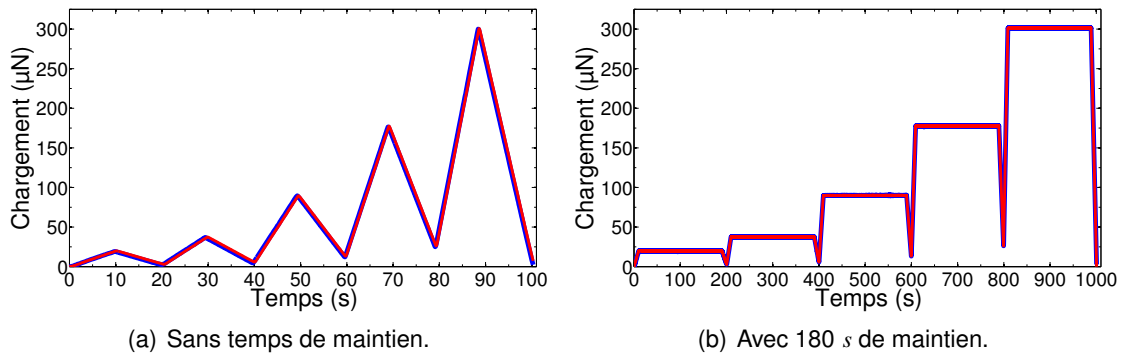


FIGURE 1.44 – Courbes de chargement en fonction du temps en ultra-nanoindentation (méthode CMC) pour 2 indents (traits bleus et rouges).

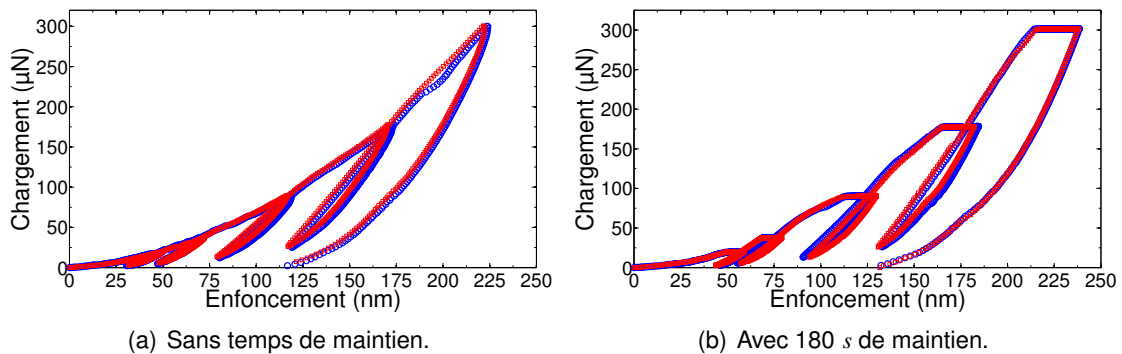


FIGURE 1.45 – Courbes de chargement en fonction de l'enfoncement en ultra-nanoindentation (méthode CMC) pour 2 indents (cercles bleus et carrés rouges).

Ainsi, la figure 1.46 est le tracé du module de Young du SU-8 en fonction du coefficient de Poisson déterminé par différentes méthodes. Les traits continus noirs et gris correspondent aux résultats moyen, mini et maxi obtenus en nanoindentation (toutes méthodes confondues). Elles servent de références pour comparer les résultats obtenus avec le SMM. Les traits pointillés rouge et orange correspondent aux premiers essais sur le SU-8 avec le SMM. Ils n'utilisent pour l'identification qu'un seul mode, le 1^{er} ou le 2^e (voir Partie 1.2.5 pour des détails sur la méthode). Cette méthode à un seul mode ne permet pas d'obtenir E_S et ν_S séparément, mais l'intersection des 2 courbes permet d'avoir une estimation des propriétés découplées. Dans ce cas, le coefficient de Poisson est de l'ordre de 0,44 (voir Tab. 1.16 pour les valeurs). Le mode 1 donne des résultats assez proches de ceux en nanoindentation. Le mode 2 donne une courbe parallèle à celle de la limite supérieure en nanoindentation quoique légèrement plus élevée. Le point bleu correspond au premier essai multimodal sur 2 modes avec le SMM (sans recalage des paramètres) [35]. Les nouveaux résultats multimodaux sur 4 modes (avec recalage des paramètres) viennent se placer correctement dans les bornes définies en nanoindentation ce qui tend à valider la nouvelle méthode.

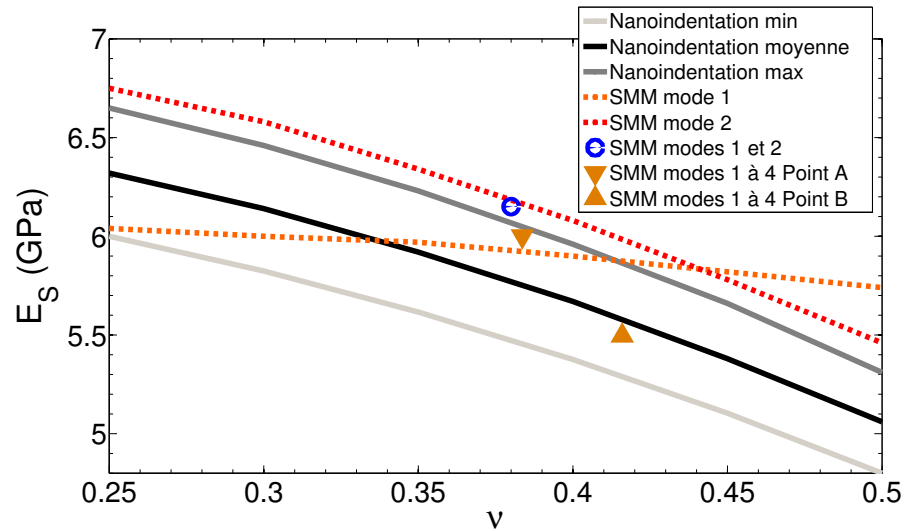


FIGURE 1.46 – Module de Young en fonction du coefficient de Poisson pour le SU-8. Comparaison des résultats obtenus en nanoindentation et par différentes méthodes en SMM.

Enfin, le tableau 1.16 rassemble toutes les valeurs des propriétés mécaniques élastiques du SU-8 obtenues par nanoindentation et SMM. Toutes ces valeurs sont assez proches ce qui prouve la validité des techniques utilisées avec le SMM monomode ou avec le SMM multimode. Les méthodes multimodales ayant l'avantage de permettre de découpler le module de Young et le coefficient de Poisson. En définitive, il est proposé pour le SU-8 $E_S = 5,87 \pm 0,27 \text{ GPa}$ et $\nu_S = 0,40 \pm 0,03$ ce qui est proche de la valeur obtenue en nanoindentation avec $\nu_S = 0,4$ soit $E_S = 5,64 \text{ GPa}$. En comparaison, la littérature donne une valeur du module de Young E_S de 2,5 à 4 GPa pour différents films minces de SU-8 de 2 μm caractérisés par des essais de traction sur films autoportés et de la corrélation d'image [41] et une valeur de 3,1 GPa pour des micro-éprouvettes en SU-8 caractérisées par des essais de traction [1]. Ces valeurs sont jusqu'à 2 fois inférieures à celles obtenues avec le SMM car les échantillons peuvent être très différents.

Comparaison des propriétés mécaniques élastiques du SU-8 par différentes méthodes						
Propriété	Nano-indentation	SMM mode 1	SMM mode 2	SMM mode 1 et 2	SMM multimode A	SMM multimode B
$E_S^* \text{ (GPa)}$	6,71	5,98	7,17	7,19	7,04	6,65
$E_S \text{ (GPa)}$		5,84		6,15	6,00	5,50
ν_S		0,44(1)		0,38(0)	0,38(4)	0,41(6)

TABLE 1.16 – Comparaison des propriétés mécaniques élastiques du SU-8 par différentes méthodes.

1.4/ APPLICATION AU tBA/PEGDMA

Le second exemple de caractérisation mécanique à l'aide du SMM est celui du tBA/PEGDMA, un polymère à mémoire de forme. Il est composé à 95wt% d'un monomère, l'acrylate de tert-butyle (tBA) et à 5wt% d'un agent de réticulation, le poly(éthylène glycol) diméthacrylate (PEGDMA). Un photo-initiateur, le 2,2-diméthoxy-2-phénylacétophénone (DMPA), est ajouté au mélange à une concentration de 0,5wt% de la masse totale. Les composants sont mélangés manuellement puis injectés entre deux plaques de verre. La polymérisation se fait ensuite en exposant le mélange à un rayonnement UV pendant 10 minutes. L'étape finale est un chauffage à 90 °C pendant une heure. Ce procédé de fabrication est exactement celui décrit par Yakacki *et al.* [42] et Srivastava *et al.* [43]. L'échantillon final a une épaisseur $e_S = 2,9 \text{ mm}$.

Ce matériau a été choisi car il a un comportement mécanique inconnu et à priori complexe, sa rigidité dépend de la fréquence d'excitation et/ou de la force d'appui. Il va permettre de montrer les possibilités et les limites de la technique dans son état actuel.

Dans le paragraphe suivant la caractérisation mécanique de l'échantillon de tBA/PEGDMA est présentée : la mesure des modes « en contact », l'extraction des fréquences de résonance et l'identification des constantes élastiques à partir des fréquences extraites. Pour terminer, les résultats sont comparés à ceux obtenus par différentes techniques de caractérisation : essais de traction, ultra-nanoindentation, DMA (Dynamic Mechanical Analyser) et analyse modale de plaques vibrantes.

1.4.1/ MESURE DES MODES EN CONTACT SUR LE tBA/PEGDMA

Les mesures sont réalisées de la même manière que pour l'échantillon de SU-8 (voir 1.3.5.1). La pointe est mise en contact avec l'échantillon pour une distance d'appui z donnée et l'amplitude (et la phase) des vibrations du microlevier en fonction de la fréquence d'excitation du bimorphe, sont mesurées. Dans cette application les mesures ne sont réalisées qu'en un seul point de l'échantillon. Les 4 premiers modes du capteur sont mesurés pour 3 distances d'appui différentes, $z_1 = 0,27 \mu\text{m}$, $z_2 = 0,65 \mu\text{m}$ et $z_3 = 0,94 \mu\text{m}$. Dans le cas présent, le temps nécessaire pour mesurer un jeu de 4 modes est d'environ 6 minutes. Les résultats des mesures sont donnés dans le tableau 1.17.

Modes « en contact » sur le tBA/PEGDMA			
	$z_1 = 0,27 \mu\text{m}$	$z_2 = 0,65 \mu\text{m}$	$z_3 = 0,94 \mu\text{m}$
Mode	Fréquence mesurée		
1	18600 Hz	22500 Hz	25800 Hz
2	39500 Hz	42400 Hz	44700 Hz
3	48600 Hz	49500 Hz	49600 Hz
4	106000 Hz	109600 Hz	111400 Hz

TABLE 1.17 – Modes « en contact » sur le tBA/PEGDMA.

1.4.2/ EXTRACTION DES FRÉQUENCES DE RÉSONANCE « EN CONTACT » SUR LE tBA/PEGDMA

Pour extraire des spectres mesurés les fréquences des modes « en contact » sur le tBA/PEGDMA, la procédure d'extraction des fréquences de résonance est appliquée. Elle reste identique à celle décrite dans la partie B et appliquée dans les parties 1.3.3.1.1 et 1.3.5.2. Les résultats de la procédure d'extraction sont donnés dans le tableau 1.18. La figure 1.47 montre simultanément les spectres mesuré et recalés, pour la distance d'appui $z_1 = 0,27 \mu\text{m}$.

Modes extraits « en contact » sur le tBA/PEGDMA			
	$z_1 = 0,27 \mu\text{m}$	$z_2 = 0,65 \mu\text{m}$	$z_3 = 0,94 \mu\text{m}$
Mode	Fréquence extraite f_{contact}		
1	19266 Hz	22876 Hz	26298 Hz
2	40280 Hz	42372 Hz	44739 Hz
3	48410 Hz	49220 Hz	49706 Hz
4	105984 Hz	110038 Hz	111556 Hz
Mode	Résidu d'extraction $\eta_{\text{extract},2}^2$		
1	$4,31 \cdot 10^{-4}$	$2,49 \cdot 10^{-4}$	$1,41 \cdot 10^{-4}$
2	$7,46 \cdot 10^{-4}$	$1,68 \cdot 10^{-4}$	$2,36 \cdot 10^{-4}$
3	$2,19 \cdot 10^{-4}$	$2,39 \cdot 10^{-4}$	$7,21 \cdot 10^{-4}$
4	$7,62 \cdot 10^{-4}$	$2,94 \cdot 10^{-4}$	$3,13 \cdot 10^{-4}$

TABLE 1.18 – Modes extraits « en contact » sur le tBA/PEGDMA.

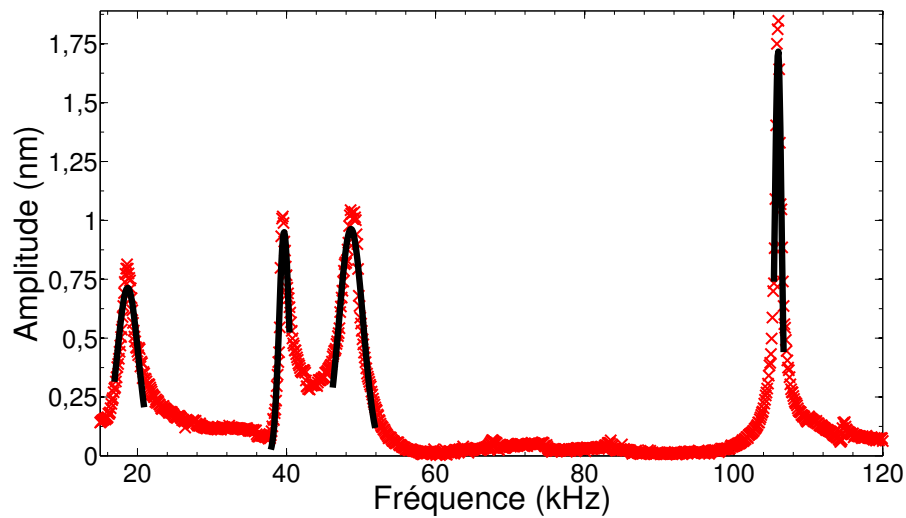


FIGURE 1.47 – Spectres sur le tBA/PEGDMA, z_1 , mesuré (croix) et théorique (trait).

1.4.3/ IDENTIFICATION DES CONSTANTES ÉLASTIQUES À PARTIR DES FRÉ- QUENCES DE RÉSONANCE « EN CONTACT » SUR LE TBA/PEGDMA

A partir des fréquences des modes en contact et des 8 paramètres de modélisation « à vide » déjà identifiés, les 2 derniers paramètres (p_3 et p_9) et les 2 paramètres constitutifs (X et Z) sont à identifier.

Comme précédemment, ne connaissant pas à priori la loi de comportement de ce matériau une stratégie d'identification doit être choisie. Consécutivement aux essais d'ultra-nanoindentation réalisés sur ce matériau et dont les résultats sont présentés ultérieurement, il a d'abord été opté pour un coefficient de Poisson ν_S et un module plan E_S^* constants (indépendant de la distance d'appui et de la fréquence d'excitation), comme pour le SU-8. Cependant, cette démarche ne permettait pas d'identifier les constantes élastiques et conduisait à des valeurs beaucoup trop élevées du module de Young E_S (de 4 à 30 *GPa*). Le choix s'est alors porté sur un coefficient de Poisson ν_S constant et un module plan E_S^* dépendant linéairement de la fréquence d'excitation et de la distance d'appui. Le choix d'une dépendance linéaire est une première approximation sur un domaine de fréquence réduit. Il y a ainsi un module d'élasticité par mode et par distance d'appui. La forme choisie est la suivante :

$$\begin{aligned} E_S^* (E_0^*, E_f^*, E_z^*) = & E_0^* {}^t[1 \ 1 \ 1 \ 1 \ 1 \ 1 \ 1 \ 1 \ 1 \ 1 \ 1] \\ & + E_f^* {}^t[f_{\text{contact}1,1} \ f_{\text{contact}2,1} \ f_{\text{contact}3,1} \ f_{\text{contact}4,1} \\ & \quad f_{\text{contact}1,2} \ f_{\text{contact}2,2} \ f_{\text{contact}3,2} \ f_{\text{contact}4,2} \\ & \quad f_{\text{contact}1,3} \ f_{\text{contact}2,3} \ f_{\text{contact}3,3} \ f_{\text{contact}4,3}] \\ & + E_z^* {}^t[z_1 \ z_1 \ z_1 \ z_1 \ z_1 \ z_2 \ z_2 \ z_2 \ z_2 \ z_3 \ z_3 \ z_3 \ z_3] \end{aligned} \quad (1.100)$$

avec : E_0^* un terme constant, E_f^* le terme qui lie le module à la fréquence d'excitation et E_z^* le terme qui le lie à la distance d'appui. Grâce à cette hypothèse la connaissance de ces 3 seuls paramètres permet d'appréhender un module d'élasticité pour chaque mode et chaque distance d'appui (force appliquée).

A partir de l'équation précédente et connaissant la dépendance du paramètre p_9 au rayon de contact a , ce paramètre peut être réécrit sous la forme suivante :

$$\begin{aligned} p_9 (p_{9_0}, p_{9_a}, z, E_S^* (E_0^*, E_f^*, E_z^*)) = & p_{9_0} {}^t[1 \ 1 \ 1 \ 1 \ 1 \ 1 \ 1 \ 1 \ 1 \ 1 \ 1] \\ & + p_{9_a} {}^t \left[a(z_1, E_{S_{1,1}}^* (E_0^*, E_f^*, E_z^*))^3 \ a(z_1, E_{S_{2,1}}^* (E_0^*, E_f^*, E_z^*))^3 \ a(z_1, E_{S_{3,1}}^* (E_0^*, E_f^*, E_z^*))^3 \ a(z_1, E_{S_{4,1}}^* (E_0^*, E_f^*, E_z^*))^3 \right. \\ & \quad a(z_2, E_{S_{1,2}}^* (E_0^*, E_f^*, E_z^*))^3 \ a(z_2, E_{S_{2,2}}^* (E_0^*, E_f^*, E_z^*))^3 \ a(z_2, E_{S_{3,2}}^* (E_0^*, E_f^*, E_z^*))^3 \ a(z_2, E_{S_{4,2}}^* (E_0^*, E_f^*, E_z^*))^3 \\ & \quad \left. a(z_3, E_{S_{1,3}}^* (E_0^*, E_f^*, E_z^*))^3 \ a(z_3, E_{S_{2,3}}^* (E_0^*, E_f^*, E_z^*))^3 \ a(z_3, E_{S_{3,3}}^* (E_0^*, E_f^*, E_z^*))^3 \ a(z_3, E_{S_{4,3}}^* (E_0^*, E_f^*, E_z^*))^3 \right] \end{aligned} \quad (1.101)$$

avec : p_{9_0} et p_{9_a} les paramètres de modélisation à déterminer.

Comme précédemment, il faut chercher à optimiser l'exploitation des mesures pour identifier un minimum de paramètres avec un maximum de mesures. Sont à disposition 3 jeux de 4 fréquences qui vont être utilisés simultanément. Ainsi, il faut identifier les paramètres p_3 et Z qui sont communs à tous les modes. Les paramètres X et p_9 étant liés au module d'élasticité, il y a donc 12 paramètres X et 12 paramètres p_9 différents. Compte

tenu des dépendances linéaires à la fréquence et à la distance d'appui du module élastique ainsi que du paramètre p_9 , il ne reste à identifier que 5 paramètres : E_0^* , E_f^* , E_z^* , p_{9_0} et p_{9_a} . Finalement, il y a 7 paramètres à identifier à partir de 12 fréquences. La procédure d'identification est décrite ci-dessous et est basée sur la procédure décrite dans la partie 1.3.4. Cependant il est nécessaire de légèrement la modifier pour l'adapter au cas présent et pouvoir utiliser simultanément les 3 jeux de fréquence pour z_1 , z_2 et z_3 . La procédure d'identification est décrite par les schémas des figures 1.48 et 1.49. Commençons par écrire la condition de résonance :

$$\mathcal{R}_{contact/p_9^2} \left(f_{contact}, \tilde{p}_0, \tilde{p}_1, \tilde{p}_2, p_3, \tilde{p}_4, \tilde{p}_5, \tilde{p}_6, \tilde{p}_7, \tilde{p}_8, p_9(p_{9_0}, p_{9_a}), X(E_S^*(E_0^*, E_f^*, E_z^*)), Z \right) = \vec{0} \quad (1.102)$$

$\mathcal{R}_{contact/p_9^2}$ est un vecteurs à 12 composantes, pour les 4 fréquences des 3 jeux de mesures, chacun pour une distance d'appui.

La condition de résonance est linéaire par rapport à p_{9_0} et p_{9_a} , il est donc possible de la réécrire sous la forme suivante :

$$\begin{aligned} \mathcal{R}_{contact/p_9^2} \left(f_{contact}, p_3, p_9(p_{9_0}, p_{9_a}, E_S^*(E_0^*, E_f^*, E_z^*)), X(E_S^*(E_0^*, E_f^*, E_z^*)), Z \right) \\ = C_1 \left(f_{contact}, p_3, X(E_S^*(E_0^*, E_f^*, E_z^*)), Z \right) p_{9_0} \\ + C_1 \left(f_{contact}, p_3, X(E_S^*(E_0^*, E_f^*, E_z^*)), Z \right) a \left(E_S^*(E_0^*, E_f^*, E_z^*) \right)^3 p_{9_a} \\ + C_2 \left(f_{contact}, p_3, X(E_S^*(E_0^*, E_f^*, E_z^*)), Z \right) \end{aligned} \quad (1.103)$$

avec : C_1 et C_2 des vecteurs à 12 composantes qui sont données par les équations (A.24) et (A.25).

Il est alors possible d'obtenir les valeurs optimales \tilde{p}_{9_0} et \tilde{p}_{9_a} qui minimisent le résidu $\eta_{contact_0}^2$:

$$\begin{aligned} \eta_{contact_0}^2 \left(f_{contact}, p_3, p_9(p_{9_0}, p_{9_a}, E_S^*(E_0^*, E_f^*, E_z^*)), X(E_S^*(E_0^*, E_f^*, E_z^*)), Z \right) \\ = \min_{p_{9_0}, p_{9_a}} \left\| \mathcal{R}_{contact/p_9^2} \left(f_{contact}, p_3, p_9(p_{9_0}, p_{9_a}, E_S^*(E_0^*, E_f^*, E_z^*)), X(E_S^*(E_0^*, E_f^*, E_z^*)), Z \right) \right\|^2 \\ = \left\| \mathcal{R}_{contact/p_9^2} \left(f_{contact}, p_3, p_9(\tilde{p}_{9_0}, \tilde{p}_{9_a}, E_S^*(E_0^*, E_f^*, E_z^*)), X(E_S^*(E_0^*, E_f^*, E_z^*)), Z \right) \right\|^2 \end{aligned} \quad (1.104)$$

Les valeurs optimales \tilde{p}_{9_0} et \tilde{p}_{9_a} sont obtenues par la résolution des systèmes d'équations linéaires dont la solution s'écrit :

$$\begin{pmatrix} \tilde{p}_{9_0} \\ \tilde{p}_{9_a} \end{pmatrix} = - \left({}^t[C_1; C_1 a^3] \cdot [C_1; C_1 a^3] \right)^{-1} \cdot \left({}^t[C_1; C_1 a^3] \cdot C_2 \right) \quad (1.105)$$

La valeur de $\eta_{contact_0}^2$ est non nulle car le système linéaire est surdéterminé mais peut être résolu grâce à la stationnarité de la condition de résonance. Dans le cas où $\tilde{p}_9 < 0$ et/ou $\tilde{p}_{9_a} < 0$, les valeurs nominales ($p_{9_0} = 0$ et $p_{9_a} = 0$) ou obtenues à l'itération précédente sont conservées (voir Fig. 1.48).

Une fois $\tilde{p}_{\tilde{9}_0}$ et $\tilde{p}_{\tilde{9}_a}$ fixés, la condition de résonance est linéaire par rapport à p_3^2 . Il est donc possible de la réécrire sous la forme suivante :

$$\begin{aligned} \mathcal{R}_{contact/p_3^2} & \left(f_{contact}, p_3, p_9 \left(\tilde{p}_{\tilde{9}_0}, \tilde{p}_{\tilde{9}_a}, E_S^* \left(E_0^*, E_f^*, E_z^* \right) \right), X \left(E_S^* \left(E_0^*, E_f^*, E_z^* \right) \right), Z \right) \\ & = D_1 \left(f_{contact}, p_9 \left(\tilde{p}_{\tilde{9}_0}, \tilde{p}_{\tilde{9}_a}, E_S^* \left(E_0^*, E_f^*, E_z^* \right) \right), X \left(E_S^* \left(E_0^*, E_f^*, E_z^* \right) \right), Z \right) p_3^2 \\ & + D_2 \left(f_{contact}, p_9 \left(\tilde{p}_{\tilde{9}_0}, \tilde{p}_{\tilde{9}_a}, E_S^* \left(E_0^*, E_f^*, E_z^* \right) \right), X \left(E_S^* \left(E_0^*, E_f^*, E_z^* \right) \right), Z \right) \end{aligned} \quad (1.106)$$

avec : D_1 et D_2 des vecteurs à 12 composantes qui sont données par les équations (A.27) et (A.28).

La valeur optimale \tilde{p}_3^2 qui minimise le résidu $\eta_{contact_1}^2$ est donnée par :

$$\begin{aligned} \eta_{contact_1}^2 & \left(f_{contact}, \tilde{p}_3, p_9 \left(\tilde{p}_{\tilde{9}_0}, \tilde{p}_{\tilde{9}_a}, E_S^* \left(E_0^*, E_f^*, E_z^* \right) \right), X \left(E_S^* \left(E_0^*, E_f^*, E_z^* \right) \right), Z \right) \\ & = \min_{p_3^2} \left\| \mathcal{R}_{contact/p_3^2} \left(f_{contact}, p_3, p_9 \left(\tilde{p}_{\tilde{9}_0}, \tilde{p}_{\tilde{9}_a}, E_S^* \left(E_0^*, E_f^*, E_z^* \right) \right), X \left(E_S^* \left(E_0^*, E_f^*, E_z^* \right) \right), Z \right) \right\|^2 \\ & = \left\| \mathcal{R}_{contact/p_3^2} \left(f_{contact}, \tilde{p}_3, p_9 \left(\tilde{p}_{\tilde{9}_0}, \tilde{p}_{\tilde{9}_a}, E_S^* \left(E_0^*, E_f^*, E_z^* \right) \right), X \left(E_S^* \left(E_0^*, E_f^*, E_z^* \right) \right), Z \right) \right\|^2 \end{aligned} \quad (1.107)$$

La résolution du système linéaire mène à la valeur optimale \tilde{p}_3^2 :

$$\tilde{p}_3^2 = - \left({}^t D_1 . D_1 \right)^{-1} . \left({}^t D_1 . D_2 \right) \quad (1.108)$$

Le système linéaire est surdéterminé et peut être résolu grâce à la stationnarité de la condition de résonance, la valeur de $\eta_{contact_1}^2$ est alors non nulle. Si $\tilde{p}_3^2 < 0$, la valeur nominale ou obtenue à l'itération précédente est conservée (voir Fig. 1.48).

\tilde{p}_3^2 étant fixé, la conditions de résonance est linéaire par rapport à Z , elle peut donc être réécrite sous la forme suivante :

$$\begin{aligned} \mathcal{R}_{contact/p_3^2} & \left(f_{contact}, \tilde{p}_3, p_9 \left(\tilde{p}_{\tilde{9}_0}, \tilde{p}_{\tilde{9}_a}, E_S^* \left(E_0^*, E_f^*, E_z^* \right) \right), X \left(E_S^* \left(E_0^*, E_f^*, E_z^* \right) \right), Z \right) \\ & = E_1 \left(f_{contact}, \tilde{p}_3, p_9 \left(\tilde{p}_{\tilde{9}_0}, \tilde{p}_{\tilde{9}_a}, E_S^* \left(E_0^*, E_f^*, E_z^* \right) \right), X \left(E_S^* \left(E_0^*, E_f^*, E_z^* \right) \right) \right) Z \\ & + E_2 \left(f_{contact}, \tilde{p}_3, p_9 \left(\tilde{p}_{\tilde{9}_0}, \tilde{p}_{\tilde{9}_a}, E_S^* \left(E_0^*, E_f^*, E_z^* \right) \right), X \left(E_S^* \left(E_0^*, E_f^*, E_z^* \right) \right) \right) \end{aligned} \quad (1.109)$$

avec : D_1 et D_2 des vecteurs à 12 composantes qui sont données par les équations (A.30) et (A.31).

La valeur optimale \tilde{Z} qui minimise le résidu $\eta_{contact_2}^2$ est donnée par :

$$\begin{aligned} \eta_{contact_2}^2 & \left(f_{contact}, \tilde{p}_3, p_9 \left(\tilde{p}_{\tilde{9}_0}, \tilde{p}_{\tilde{9}_a}, E_S^* \left(E_0^*, E_f^*, E_z^* \right) \right), X \left(E_S^* \left(E_0^*, E_f^*, E_z^* \right) \right), \tilde{Z} \right) \\ & = \min_Z \left\| \mathcal{R}_{contact/p_3^2} \left(f_{contact}, \tilde{p}_3, p_9 \left(\tilde{p}_{\tilde{9}_0}, \tilde{p}_{\tilde{9}_a}, E_S^* \left(E_0^*, E_f^*, E_z^* \right) \right), X \left(E_S^* \left(E_0^*, E_f^*, E_z^* \right) \right), Z \right) \right\|^2 \\ & = \left\| \mathcal{R}_{contact/p_3^2} \left(f_{contact}, \tilde{p}_3, p_9 \left(\tilde{p}_{\tilde{9}_0}, \tilde{p}_{\tilde{9}_a}, E_S^* \left(E_0^*, E_f^*, E_z^* \right) \right), X \left(E_S^* \left(E_0^*, E_f^*, E_z^* \right) \right), \tilde{Z} \right) \right\|^2 \end{aligned} \quad (1.110)$$

La valeur optimale \tilde{Z} est obtenue par résolution du système d'équations linéaires dont la solution est :

$$\tilde{Z} = -\left({}^tE_1.E_1\right)^{-1} . \left({}^tE_1.E_2\right) \quad (1.111)$$

La stationnarité de la condition de résonance permet au système linéaire surdéterminé d'être résolu, la valeur obtenue de $\eta_{contact_2}^2$ est ainsi non nulle. La valeur nominale de Z ou celle obtenue à l'itération précédente est conservée si $\tilde{Z} < 0$ (voir Fig. 1.48).

Enfin, le résidu $\eta_{contact_2}^2$ est minimisé par rapport à E_0^* , E_f^* et E_z^* à l'aide de la méthode du gradient conjugué de Polak-Ribière [37] Cela donne le résidu suivant :

$$\begin{aligned} & \eta_{contact_3}^2 \left(f_{contact}, \tilde{p}_3, \tilde{p}_9 \left(\tilde{p}_{9_0}, \tilde{p}_{9_a}, \tilde{E}_S^* \left(\tilde{E}_0^*, \tilde{E}_f^*, \tilde{E}_z^* \right) \right), \tilde{X} \left(\tilde{E}_S^* \left(\tilde{E}_0^*, \tilde{E}_f^*, \tilde{E}_z^* \right) \right), \tilde{Z} \right) \\ &= \min_{E_0^*, E_f^*, E_z^*} \eta_{contact_2}^2 \left(f_{contact}, \tilde{p}_3, p_9 \left(\tilde{p}_{9_0}, \tilde{p}_{9_a}, E_S^* \left(E_0^*, E_f^*, E_z^* \right) \right), X \left(E_S^* \left(E_0^*, E_f^*, E_z^* \right) \right), \tilde{Z} \right) \\ &= \left\| \mathcal{R}_{contact/p_9^2} \left(f_{contact}, \tilde{p}_3, \tilde{p}_9 \left(\tilde{p}_{9_0}, \tilde{p}_{9_a}, \tilde{E}_S^* \left(\tilde{E}_0^*, \tilde{E}_f^*, \tilde{E}_z^* \right) \right), \tilde{X} \left(\tilde{E}_S^* \left(\tilde{E}_0^*, \tilde{E}_f^*, \tilde{E}_z^* \right) \right), \tilde{Z} \right) \right\|^2 \end{aligned} \quad (1.112)$$

La méthode du gradient conjugué est décrite par la figure 1.49, elle est itérative (indice j), ainsi si $\{E_0^*, E_f^*, E_z^*\}$ changent il faut recommencer les étapes linéaires. Les tolérances $tol_{E_0^*}$, $tol_{E_f^*}$ et $tol_{E_z^*}$ sont choisies selon les valeurs initiales (voir Fig. 1.50) afin de ne pas trop contraindre l'identification. Les dérivées de $\eta_{contact_{3A}}^2$ et de $\eta_{contact_{3B}}^2$ par rapport aux paramètres sont calculées analytiquement à partir de l'équation complète de la condition de résonance « en contact » (A.7).

Au final, le minimum du résidu $\eta_{contact_3}^2$ est obtenu pour les valeurs optimales des différents paramètres \tilde{p}_3 , \tilde{p}_{9_0} , \tilde{p}_{9_a} , \tilde{Z} , \tilde{E}_0^* , \tilde{E}_f^* et \tilde{E}_z^* .

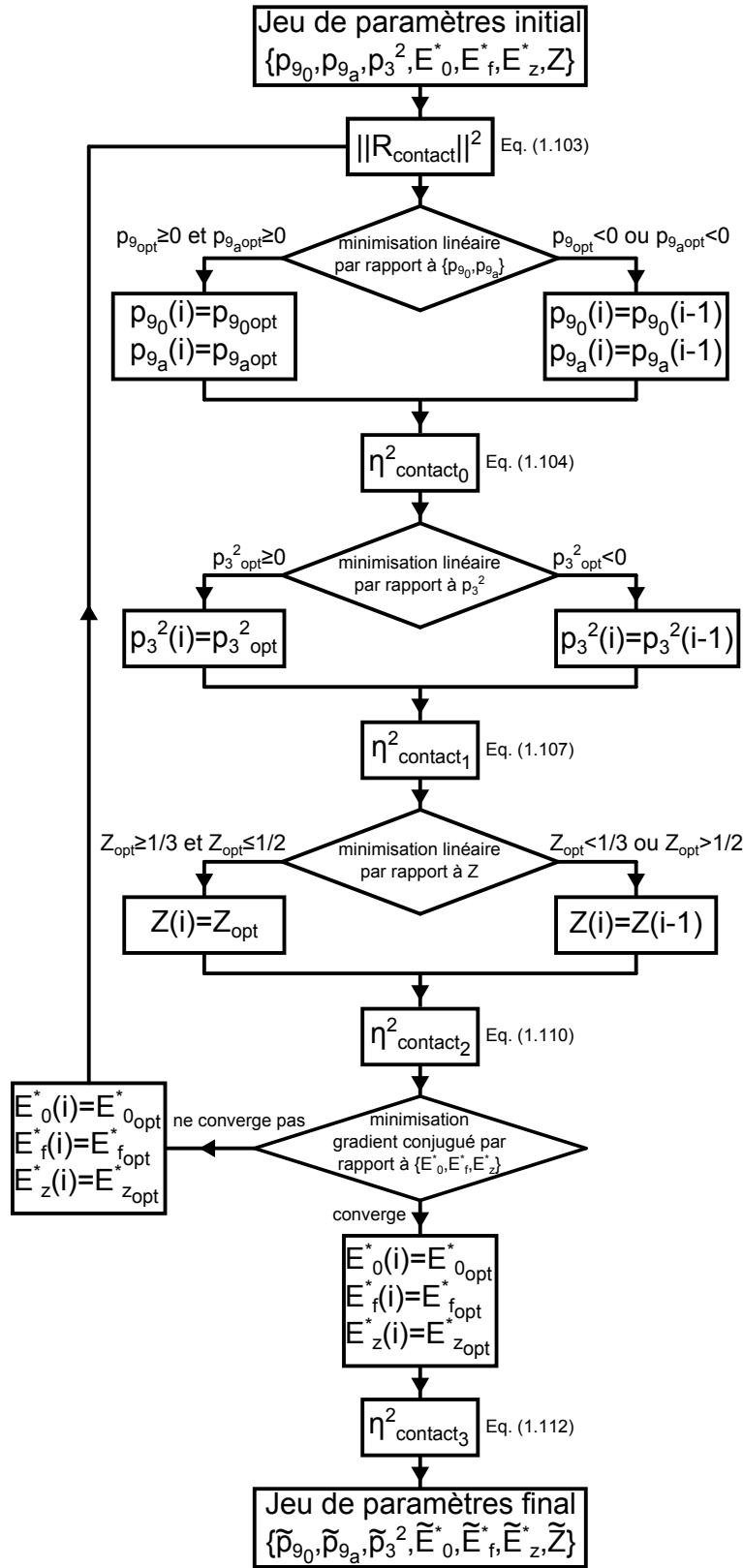


FIGURE 1.48 – Schéma de l'algorithme d'identification des constantes élastiques à partir des fréquences de résonance « en contact » dans le cas du tBA/PEGDMA.

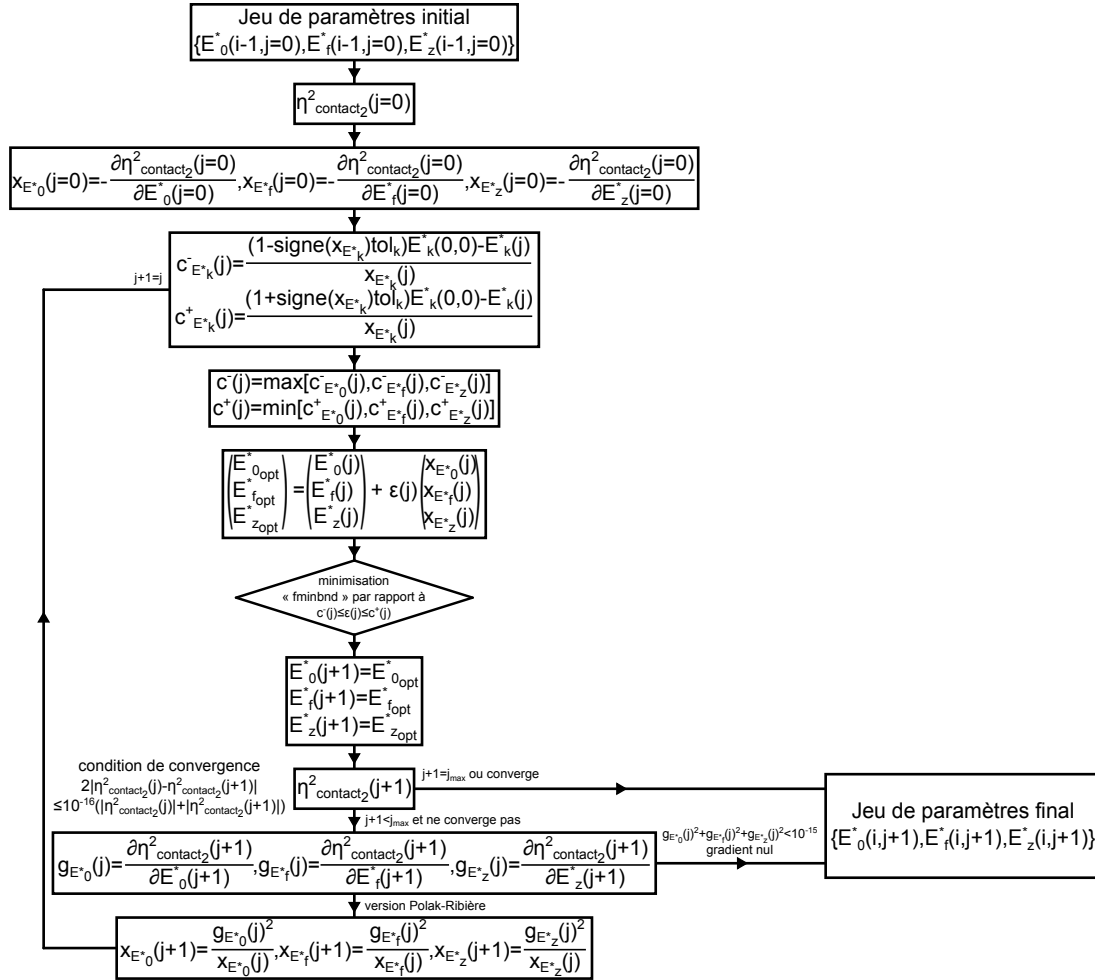
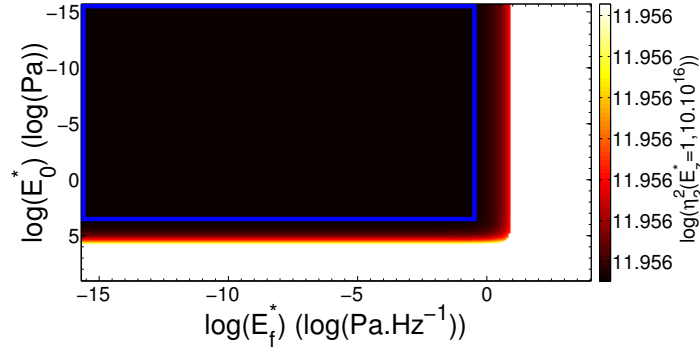
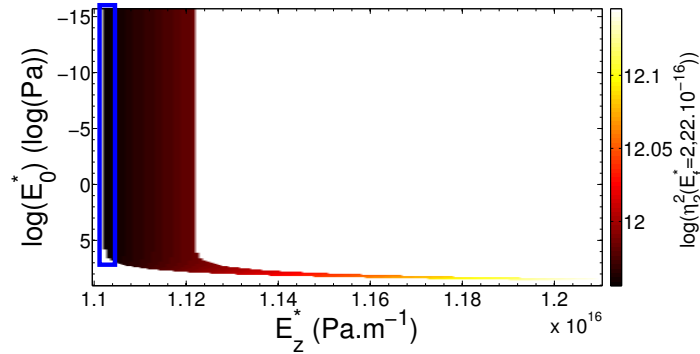


FIGURE 1.49 – Schéma de l’algorithme du gradient conjugué pour l’identification des constantes élastiques à partir des fréquences de résonance « en contact » dans le cas du tBA/PEGDMA.

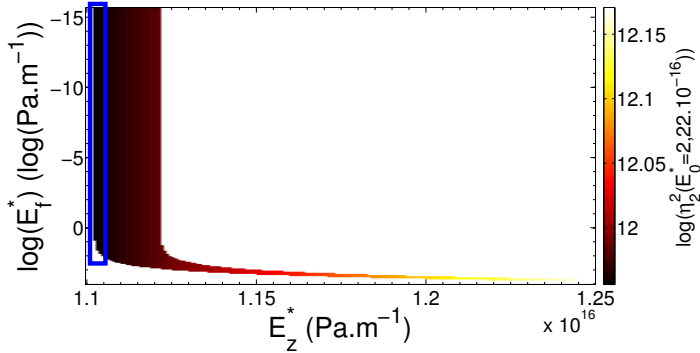
L’application de cette procédure de minimisation nécessite aussi des valeurs initiales pour les paramètres. Pour la valeur de p_3 , celle obtenue pour le SU-8 (voir Tab. 1.13) est utilisée car la pointe est la même. Les paramètres p_{9_0} et p_{9_a} n’ont pas besoin de valeurs initiales du fait de la structure de la procédure de minimisation. Pour la valeur initiale de Z , une valeur du coefficient de Poisson a été obtenue à partir d’un essai macroscopique de traction classique associé à de la corrélation d’image, soit : $\nu_{S_{ini}} = 0,37$ et donc $Z_{ini} \approx 0,387$. Pour déterminer les valeurs initiales de E_0^* , E_f^* et E_z^* et les tolérances associées des cartes de résidus ont été tracées. Pour cela, le résidu $\eta_{contact2}^2$ est calculé pour différentes valeurs de E_0^* , E_f^* et E_z^* ce qui conduit aux valeurs de \tilde{p}_3 , \tilde{p}_{9_0} , \tilde{p}_{9_a} et \tilde{Z} . Les cartes ainsi obtenues sont représentées dans la Fig. 1.50. Les parties blanches correspondent aux identifications physiquement inadmissibles : $\tilde{p}_3 < 0$, $\tilde{p}_{9_a} < 0$, $\tilde{p}_9 < 0$, $\tilde{p}_9 > 1$, $\tilde{Z} < 1/3$ et $\tilde{Z} > 1/2$. Ces cartes font apparaître un minimum pour chaque résidu (zone sombre) et donnent des valeurs initiales optimales de E_0^* , E_f^* et E_z^* (voir les rectangles bleus) soit : $0 \leq E_{0_{ini}}^* \leq 10^3 \text{ Pa}$, $0 \leq E_{f_{ini}}^* \leq 10^{-1} \text{ Pa.Hz}^{-1}$ et $E_{z_{ini}}^* \approx 1,1.10^{16} \text{ Pa.m}^{-1} \pm 10\%$. Il semble que pour être optimum les paramètres E_0^* et E_f^* doivent être nuls (ou presque) c’est-à-dire que le module d’élasticité ne dépendrait pas ou très peu de la fréquence d’excitation.



(a) $\eta_{contact_2}^2(f_{contact}, X(E_S^*(E_0^*, E_f^*, E_z^* = 1, 10.10^{16} Pa.m^{-1})))$.



(b) $\eta_{contact_2}^2(f_{contact}, X(E_S^*(E_0^*, E_f^* = 2, 22.10^{-16} Pa.Hz^{-1}, E_z^*)))$.



(c) $\eta_{contact_2}^2(f_{contact}, X(E_S^*(E_0^* = 2, 22.10^{-16} Pa, E_f^*, E_z^*)))$.

FIGURE 1.50 – Cartes de résidus $\eta_{contact_2}^2(f_{contact}, X(E_S^*(E_0^*, E_f^*, E_z^*)))$ pour le tBA/PEGDMA.

Avec les valeurs initiales, il est possible d'appliquer la procédure d'identification au complet. Les tableaux 1.19, 1.20, 1.21, 1.22 et 1.23 résument les résultats obtenus.

Le tableau 1.19 présente la valeur finale du résidu $\eta_{contact_3}^2$ globalement et pour chaque mode ainsi que celles des écarts relatifs en fréquence q_i et Q (voir Eqs. (1.74) et (1.75)). Le résidu provient essentiellement des modes 1 mais ils ne sont pas pour autant les moins bien recalés comme le montrent leurs écarts relatifs en fréquence. Il est à noter que les modes 2, 3 et 4 du jeu z_3 ne représentent que 2% du résidu global mais leurs écarts relatifs en fréquence montrent qu'ils sont très mal recalés. Ainsi, il apparait une limite à la méthode utilisée puisqu'il n'est pas possible de tenir compte de l'ensemble du jeu z_3 .

Résidus et écarts relatifs en fréquence de l'identification « en contact » sur le tBA/PEGDMA			
	$z_1 = 0,27 \mu m$	$z_2 = 0,65 \mu m$	$z_3 = 0,94 \mu m$
Mode	Résidu par mode		
1	$8,81.10^{10}$	$3,12.10^{11}$	$2,59.10^{11}$
2	$1,65.10^9$	$1,03.10^{10}$	$9,72.10^9$
3	$1,10.10^9$	$5,60.10^6$	$1,24.10^8$
4	$5,67.10^{10}$	$1,47.10^{11}$	$9,58.10^9$
Résidu global	$8,95.10^{11}$		
Mode	q_i		
1	$5,41.10^{-3}$	$1,13.10^{-2}$	$8,45.10^{-3}$
2	$9,11.10^{-4}$	$1,12.10^{-2}$	absent
3	$5,88.10^{-4}$	$2,50.10^{-5}$	absent
4	$1,67.10^{-5}$	$3,15.10^{-5}$	$1,84.10^{-6}$
Q	$3,80.10^{-3}$		

TABLE 1.19 – Résidus et écarts relatifs en fréquence de l'identification « en contact » sur le tBA/PEGDMA.

Le tableau 1.20 contient les fréquences recalées des différents jeux de mesures et permet de les comparer aux valeurs des fréquences extraites. Comme mentionné précédemment il apparaît que les fréquences recalées des modes 2, 3 et 4 du jeu z_3 sont très éloignées des valeurs extraites. Les résultats issus de ce jeu ne sont pas satisfaisants et sont à analyser avec circonspection. En fait les modes 2 et 3 ne sont pas restitués et le mode 2 à 111556 Hz correspond au mode 4.

Fréquences recalées « en contact » sur le tBA/PEGDMA						
	$z_1 = 0,27 \mu m$		$z_2 = 0,65 \mu m$		$z_3 = 0,94 \mu m$	
Mode	Fréquence extraite	Fréquence recalée	Fréquence extraite	Fréquence recalée	Fréquence extraite	Fréquence recalée
1	19266 Hz	17849 Hz	22876 Hz	25309 Hz	26298 Hz	28716 Hz
2	40280 Hz	41496 Hz	42372 Hz	46862 Hz	44739 Hz	absent
3	48410 Hz	49584 Hz	49220 Hz	48974 Hz	49706 Hz	absent
4	105984 Hz	106417 Hz	110037 Hz	109421 Hz	111556 Hz	111707 Hz

TABLE 1.20 – Fréquences recalées « en contact » sur le tBA/PEGDMA.

Le tableau 1.21 donne les valeurs optimales des paramètres de modélisation et constitutifs obtenus par la procédure d'identification. Les valeurs de E_0^* et E_f^* sont quasi-nulles et donc E_s^* n'a pas de partie constante, est indépendante de la fréquence d'excitation mais dépend de la distance d'appui donc de la force appliquée F_0 . La valeur de p_3 est légèrement plus faible que celle obtenue dans l'exemple du SU-8 bien que la pointe soit la même ($p_3 = 5,12$ et $p_3 = 5,40$ pour le SU-8). La différence entre ces 2 valeurs n'étant que de 5% cela reste acceptable. A noter qu'en vue d'optimiser la procédure de minimisation, il aurait-été possible de faire l'identification pour le SU-8 et le tBA/PEGDMA simultanément pour n'avoir qu'une seule valeur de p_3 commune à toutes les mesures. En tout état de cause une valeur commune de $p_3 \approx 5,3$ semble tout à fait acceptable.

Paramètres identifiés pour le tBA/PEGDMA	
Paramètre	Valeur identifiée
E_0^*	$5,02.10^{-6} Pa$
E_f^*	$4,69.10^{-11} Pa.Hz^{-1}$
E_z^*	$1,10.10^{16} Pa.m^{-1}$
Z	0,396
p_3	5,12
p_{90}	$9,80.10^{-3}$
p_{9a}	$3,88.10^{17} m^{-3}$

TABLE 1.21 – Paramètres identifiés pour le tBA/PEGDMA.

Le tableau 1.22 résume les valeurs des propriétés élastiques du tBA/PEGDMA déterminées avec le SMM. Les valeurs du module de Young correspondent aux attentes, elles sont de l'ordre de quelques GPa . Le coefficient de Poisson $\nu_s = 0,34$ a lui aussi une valeur acceptable, proche de celle déterminée par corrélation d'image sur un échantillon macroscopique, soit $\nu_s \approx 0,37$.

Propriétés mécaniques élastiques du tBA/PEGDMA				
Mode	Propriété	$z_1 = 0,27 \mu m$	$z_2 = 0,65 \mu m$	$z_3 = 0,94 \mu m$
		Valeur identifiée		
1	E_s^*	2,98 GPa	7,17 GPa	10,4 GPa
2		2,98 GPa	7,17 GPa	10,4 GPa
3		2,98 GPa	7,17 GPa	10,4 GPa
4		2,98 GPa	7,17 GPa	10,4 GPa
1	E_s	2,63 GPa	6,32 GPa	9,14 GPa
2		2,63 GPa	6,32 GPa	9,14 GPa
3		2,63 GPa	6,32 GPa	9,14 GPa
4		2,63 GPa	6,32 GPa	9,14 GPa
	ν_s	0,344		

TABLE 1.22 – Propriétés mécaniques élastiques du tBA/PEGDMA.

Enfin, le tableau 1.23 donne les valeurs des différents paramètres obtenus après identification. Il contient dans l'ordre la force d'appui sur la pointe F_0 , le paramètre constitutif X , le rayon de contact a , le paramètre p_9 qui est très petit devant 1 (rendant le terme en p_9^2 de la condition de résonance négligeable) et le déplacement sous la pointe δ .

Différents paramètres issus de l'identification pour le tBA/PEGDMA				
		$z_1 = 0,27 \mu m$	$z_2 = 0,65 \mu m$	$z_3 = 0,94 \mu m$
Mode	Propriété	Valeur identifiée		
1	F_0	$-44,0 \mu N$	$-111 \mu N$	$-162 \mu N$
2		$-44,0 \mu N$	$-111 \mu N$	$-162 \mu N$
3		$-44,0 \mu N$	$-111 \mu N$	$-162 \mu N$
4		$-44,0 \mu N$	$-111 \mu N$	$-162 \mu N$
1	X	12,4	30,3	44,0
2		12,4	30,3	44,0
3		12,4	30,3	44,0
4		12,4	30,3	44,0
1	a	550 nm	558 nm	560 nm
2		550 nm	558 nm	560 nm
3		550 nm	558 nm	560 nm
4		550 nm	558 nm	560 nm
1	p_9	$7,43.10^{-2}$	$7,73.10^{-2}$	$7,79.10^{-2}$
2		$7,43.10^{-2}$	$7,73.10^{-2}$	$7,79.10^{-2}$
3		$7,43.10^{-2}$	$7,73.10^{-2}$	$7,79.10^{-2}$
4		$7,43.10^{-2}$	$7,73.10^{-2}$	$7,79.10^{-2}$
1	δ	$-20,1 nm$	$-20,8 nm$	$-20,9 nm$
2		$-20,1 nm$	$-20,8 nm$	$-20,9 nm$
3		$-20,1 nm$	$-20,8 nm$	$-20,9 nm$
4		$-20,1 nm$	$-20,8 nm$	$-20,9 nm$

TABLE 1.23 – Différents paramètres issus de l'identification pour le tBA/PEGDMA.

1.4.4/ COMPARAISON DES RÉSULTATS OBTENUS SUR LE tBA/PEGDMA

Comme pour le SU-8 afin de valider les résultats ils sont comparés à ceux issus d'autres techniques de caractérisation. Ces autres caractérisations sont à l'échelle macroscopique (à l'exception de l'ultra-nanoindentation) et pour des faibles fréquences d'excitation. Les différentes techniques sont : un essai de traction classique, des essais de traction en fréquence avec plusieurs cycles de charge-décharge réalisés avec un DMA (Dynamic Mechanical Analyser), une analyse modale à partir de mesures obtenues en vibrométrie laser et enfin des essais d'ultra-nanoindentation quasi-statique et dynamique avec une pointe Berkovich.

Cependant, comme il a été montré précédemment les valeurs de module dépendent de la distance d'appui z appliquée donc de la force F_0 , ce qui révèle un comportement différent de celui du SU-8. Ainsi, préalablement à la comparaison des différents techniques tentons, à l'aide d'essais d'ultra-nanoindentation, de donner une explication à cette dépendance. Différents essais d'indentation ont été réalisés pour des sollicitations sinusoïdales (CSM) et pour des chargements multiples répétés progressifs (CMC) avec ou sans temps de maintien (voir Annexe C, pour les explications sur ces techniques de caracté-

risation), comme pour le SU-8. Les figures 1.51 et 1.52 présentent les résultats d'essais en chargements CMC, avec et sans temps de maintien. L'ouverture des boucles charges-décharges en l'absence de temps de maintien (Fig. 1.51) et le fluage conséquent sous charge constante (Fig. 1.52) montrent que le comportement de ce matériau présente une dépendance marquée avec la durée de sollicitation. Par exemple, pour une charge faible, de $50 \mu N$ (premier « palier » sur la Fig. 1.52), il y a un fluage de 90 nm en 300 s alors que la profondeur d'indentation au chargement est de 160 nm . Il s'avère que le comportement de ce matériau est relativement complexe et fortement dépendant du temps.

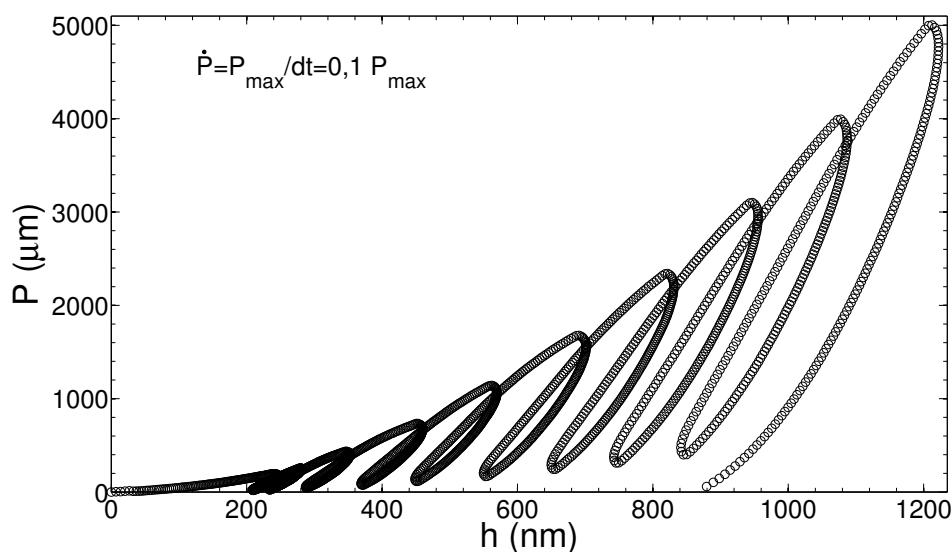


FIGURE 1.51 – Chargement P en fonction de l'enfoncement h pour le tBA/PEGDMA en nanoindentation avec la méthode CMC sans temps de maintien.

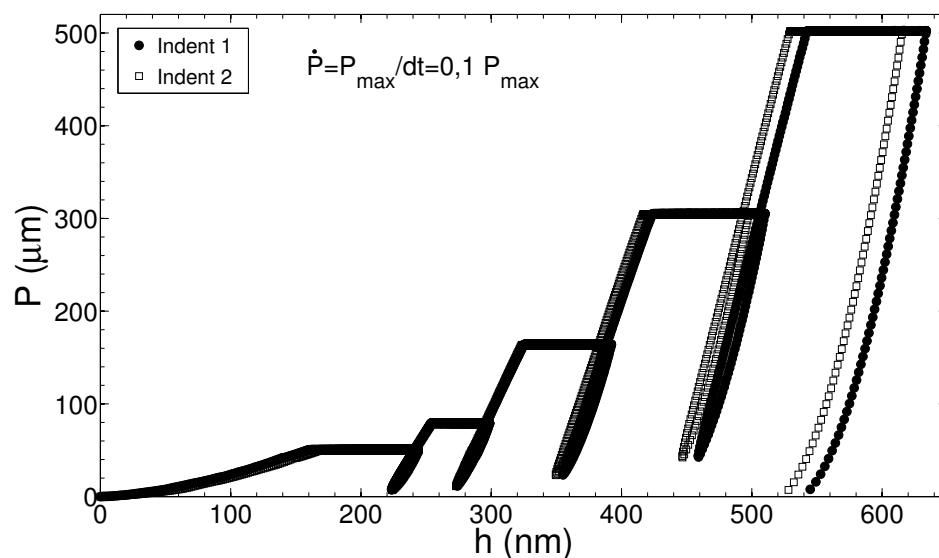


FIGURE 1.52 – Chargement P en fonction de l'enfoncement h pour le tBA/PEGDMA en nanoindentation avec la méthode CMC avec un temps de maintien de 180 s .

La figure 1.53 présente les valeurs des modules obtenus lors des déchargements multiples avec la méthode CMC. Il est à observer que celui-ci est élevé et qu'il décroît simultanément avec la profondeur d'indentation h et le pourcentage de la décharge (90%–40% ou 60%–20%) utilisés pour évaluer la valeur du module. Ces deux constats corroborent le fait que le matériau flue durant la décharge et donc que les valeurs du module de Young sont surévaluées. Ceci est également visible sur les carrés bleus de la figure 1.53 où il est montré que pour un même chargement P_{max} , le module est très dépendant de la vitesse de montée en charge ($E_S \approx 4,5 \text{ GPa}$ pour $\dot{P} = 17 \mu\text{N.s}^{-1}$ et $E_S \approx 3,1 \text{ GPa}$ pour $\dot{P} = 4,2 \mu\text{N.s}^{-1}$). Plus la vitesse est faible, plus le module mesuré l'est. Par contre, pour des essais CMC en ultra-nanoindentation avec des temps de maintien de 180 à 300 s, les modules mesurés deviennent quasiment indépendants de la profondeur d'indentation et du pourcentage de décharge pour calculer le module, $E_S = 2,61 \pm 0,23 \text{ GPa}$ pour un temps de maintien de 180 s et $E_S = 2,42 \pm 0,19 \text{ GPa}$ pour un temps de maintien de 300 s. La valeur déterminée avec le SMM multimode pour le jeu $z_1 = 0,27 \mu\text{m}$ est tout à fait compatible avec les valeurs déterminées en indentation, soit $E_S = 2,63 \text{ GPa}$ pour $v_S = 0,34$. Les résultats issus du SMM sont aussi reportés sur la figure 1.53 en fonction de la distance d'appui z appliquée (points rouges). Les valeurs plus élevées de E_S pour $z_2 = 0,65 \mu\text{m}$ et $z_3 = 0,94 \mu\text{m}$ pourraient être attribuées à la « viscosité » du matériau.

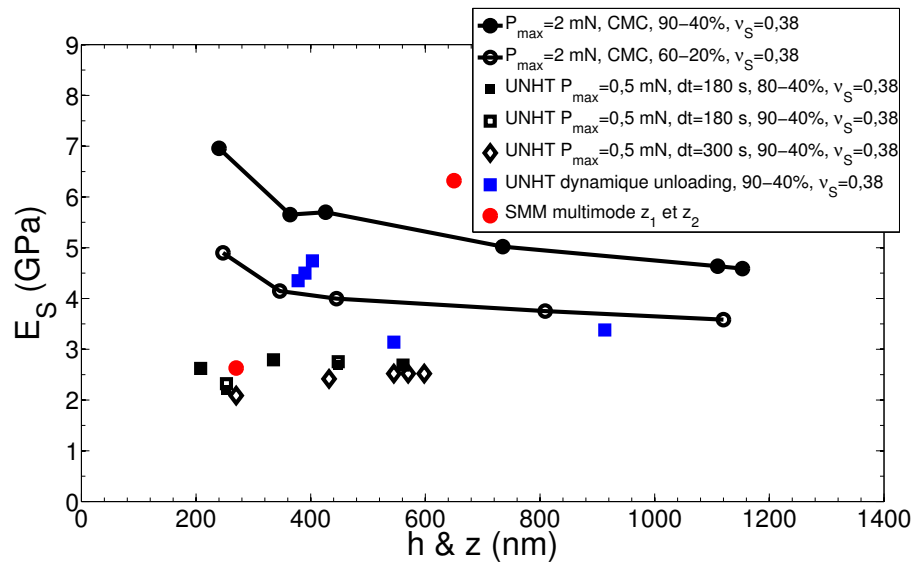


FIGURE 1.53 – Module de Young E_S en fonction de l'enfoncement h ou de la distance d'appui z pour le tBA/PEGDMA. Comparaison des résultats obtenus par différentes méthodes de caractérisation.

Pour vérifier l'hypothèse précédente, les pressions moyennes P_0 exercées sur le matériau par les pointes du SMM et du diamant Berkovich utilisé en ultra-nanoindentation ont été calculées pour les différents essais. Elles sont données respectivement par [15] :

$$P_0 = \frac{F_0}{\pi a^2} \quad ; \quad P_0 = \frac{P}{24,56h^2} \quad (1.113)$$

avec : F_0 et a calculés au cours de l'identification (voir Tab. 1.23), P le chargement appliqué en nanoindentation et h la profondeur d'indentation sont directement accessibles par l'expérience.

Les dépendances de E_S avec la pression pour le SU-8 et le tBA/PEGDMA sont reportées sur la figure 1.54. Pour le SU-8, E_S est indépendant de la pression comme attendu. Par contre pour le second matériau, aussi bien au SMM qu'en ultra-nanoindentation, le module mesuré croît avec la pression moyenne P_0 , ce qui semble accréditer l'hypothèse de mesures du module d'élasticité altérées par le fluage du matériau pour les plus fortes valeurs de P_0 donc de la distance d'appui z . En conclusion, seule la valeur de E_S pour les faibles valeurs de pression ($P_0 < 50 \text{ MPa}$), c'est-à-dire lorsque le fluage est faible, semble avoir une signification physique. Dès lors il est possible de comparer les résultats obtenus à l'aide des différentes techniques.

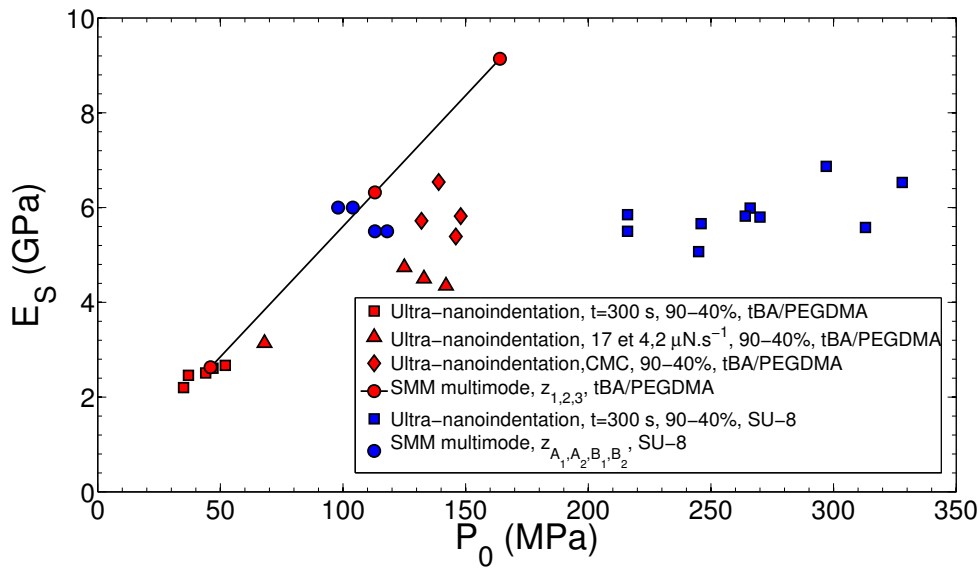


FIGURE 1.54 – Module de Young E_S en fonction de la pression P_0 pour le tBA/PEGDMA et le SU-8. Comparaison des résultats obtenus par différentes méthodes de caractérisation.

La figure 1.55 montre sur un même graphe l'ensemble des résultats à savoir l'évolution du module de Young en fonction de la fréquence d'excitation. A noter que les essais DMA correspondent à une équivalence temps-température pour des fréquences d'excitation comprises entre $0,01$ et 10 Hz et pour des températures comprises entre -20 et $80 \text{ }^\circ\text{C}$. L'ensemble des résultats accréditent une très faible dépendance du module de Young avec la fréquence d'excitation sur un très large domaine fréquentiel : $10^{-3} < f < 10^5 \text{ Hz}$ avec des valeurs comprises entre $1,8$ et $3,0 \text{ GPa}$. La valeur obtenue avec le SMM pour le jeu $z_1 = 0,27 \mu\text{m}$: $E_S = 2,63 \text{ GPa}$ et $\nu_S = 0,34$, est tout à fait correcte si l'on se réfère aux valeurs obtenues avec les autres techniques expérimentales. Par contre, les résultats obtenus avec les jeux z_2 et z_3 ne sont pas corrects. En effet, la nanoindentation montre que le matériau flue pour les plus fortes pressions moyennes exercées durant l'excitation. Il est également à mentionner que contrairement aux essais macroscopiques, les volumes de matière activés avec le SMM et en ultra-nanoindentation ne sont que de l'ordre de quelques μm^3 . Ainsi, pour réaliser des essais corrects avec le SMM il faudrait charger le matériau pour les plus faibles valeurs de z engendrant des forces de quelques μN , puis de le laisser se relaxer et enfin d'effectuer les mesures. Ne connaissant pas cette séquence au moment des mesures avec le SMM, elles ont toutes été faites à la suite sans temps de maintien contrôlé (mise en contact à la valeur z_1 , mesure du spectre fréquentiel, augmentation de la distance d'appui jusqu'à la valeur z_2 , mesure du spectre, augmenta-

tion de la distance d'appui jusqu'à la valeur z_3 , mesure du spectre). Ceci peut en partie expliquer que les résultats issus des jeux z_2 et z_3 ne sont pas corrects. Ainsi, il apparaît une nouvelle limite à cette technique, la procédure expérimentale de chargement ainsi que les méthodes d'exploitation des résultats doivent être adaptées au comportement du matériau testé. Il en est de même pour les autres techniques expérimentales et particulièrement pour la nanoindentation. A noter que l'application de la procédure d'identification avec le jeu z_1 seul donne des résultats comparables à ceux obtenus pour ce jeu dans le cas de l'identification avec les trois jeux z_1 , z_2 et z_3 .

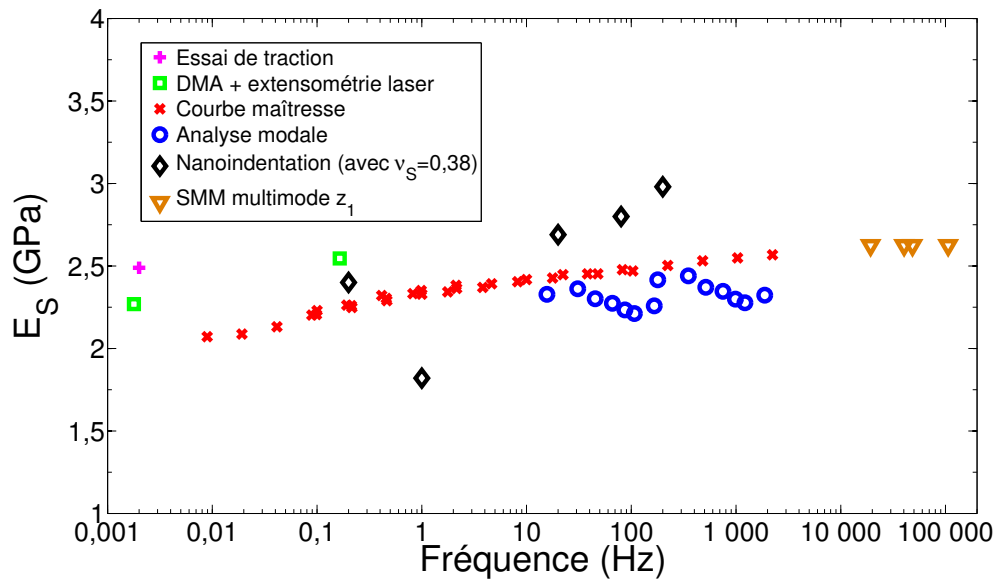


FIGURE 1.55 – Module de Young en fonction de la fréquence d'excitation pour le tBA/PEGDMA. Comparaison des résultats obtenus par différentes méthodes de caractérisation.

1.5/ PERSPECTIVES

Dans cette partie, les potentialités et les perspectives d'utilisation du SMM sur des matériaux à comportements complexes sont abordées. La première extension inhérente à l'approche multimodale du SMM est la caractérisation de matériaux anisotropes. En effet, le SMM est particulièrement adapté à l'étude de tels matériaux compte tenu de sa sensibilité au contact tangentiel (voir raideur tangentielle de contact K_T dans la Partie 1.2.3.2.1), qui permet au système de sonder la rigidité latérale du matériau. Ainsi pour tester l'anisotropie planaire, il suffirait de faire tourner l'échantillon dans le plan pour obtenir des données selon différentes directions.

La seconde application qui découle de ce qui vient d'être présenté concerne la collecte d'informations sur la viscosité du matériau testé. Des informations actuellement inutilisées se cachent dans les spectres en amplitude et en phase. Par exemple, les figures 1.56 et 1.57 représentent les spectres en amplitude et en phase « à vide », « en contact » sur le SU-8 et « en contact » sur le tBA/PEGDMA avec une même distance d'appui $z = 1 \mu m$. Il est particulièrement visible sur le 1^{er} et le 4^e mode que le pic de résonance et le saut de phase sont plus larges pour le tBA/PEGDMA que pour le SU-8. De plus ils sont

plus larges qu'en mode sans contact. Le tBA/PEGDMA est un matériau avec une composante viscoélastique surtout pour cette valeur de z fixée alors que le SU-8 est un matériau très peu visqueux [39]. C'est cette viscoélasticité qui conditionne la largeur et l'amortissement des pics de résonance ainsi que la largeur des sauts de phase. Il semble donc possible d'extraire de ces spectres des informations sur la viscosité du matériau, entre autres le module de perte et la tangente de l'angle de perte.

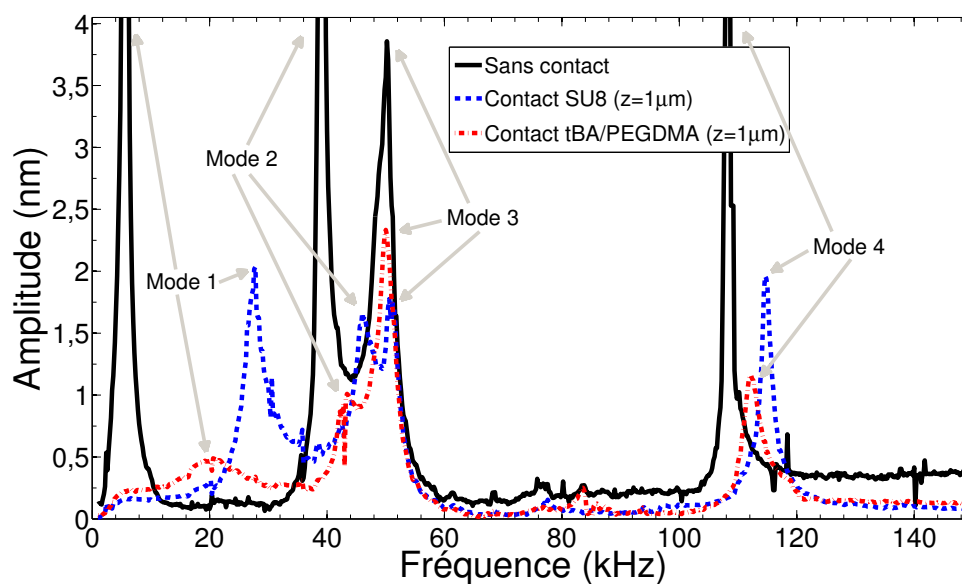


FIGURE 1.56 – Spectres en amplitude : « à vide », « en contact » sur le SU-8 et « en contact » sur le tBA/PEGDMA.

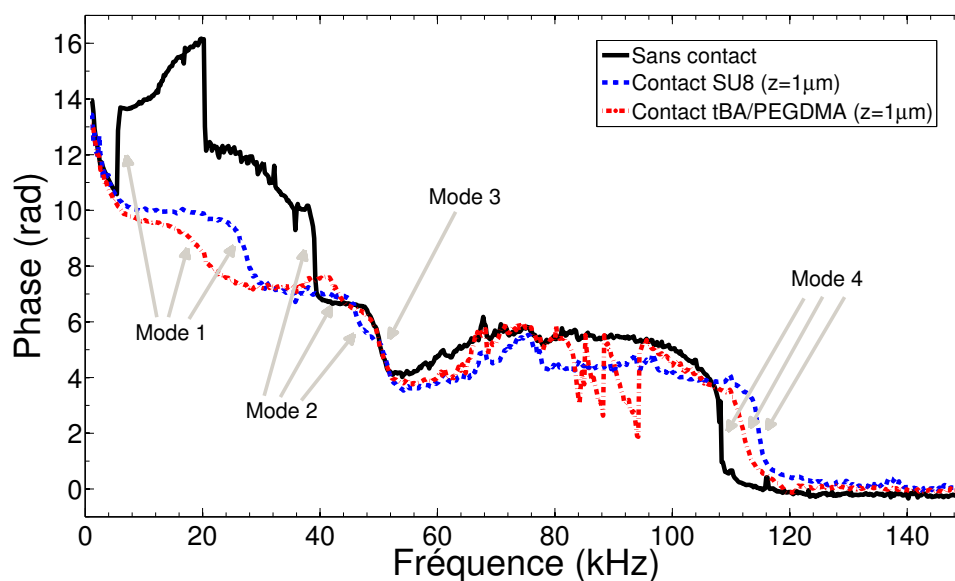


FIGURE 1.57 – Spectres en phase : « à vide », « en contact » sur le SU-8 et « en contact » sur le tBA/PEGDMA.

Ce type d'application est illustré sur les figures 1.58, 1.59 et 1.60 qui représentent le module de stockage E'_S , le module de perte E''_S et la tangente de l'angle de perte $\tan(\delta) = \frac{E''_S}{E'_S}$ en fonction de la fréquence pour un matériau complexe du type polymère à mémoire de forme. Ce polymère présente une transition vitreuse au voisinage de la température ambiante, $T_g \approx 15^\circ\text{C}$. Ce matériau est un vitrimère à réseau « souple » composé de DER 332 (résine époxy), de diglycidyléther de bisphénol, de pripol 1040, d'un mélange de C18 acides gras dérivés et d'acétate de zinc dihydraté 98% extra pur [44]. Des essais de traction à l'ambiante, de DMA à différentes fréquences et températures, d'ultra-nanoindentation à la température ambiante et de SMM multimode à température ambiante ont été réalisés. Les essais de SMM multimode sont réalisés pour trois valeurs de la distance d'appui z fixées (voir Tab. 1.24) et la méthode de dépouillement est identique à celle présentée précédemment pour le tBA/PEGDMA. Les tableaux 1.25, 1.26, 1.27, 1.28 et 1.29 reportent les différents résultats de l'identification. Comme pour le tBA/PEGDMA, la procédure expérimentale étant identique, les valeurs identifiées de module dépendent de la valeur de la distance d'appui z appliquée mais en plus de la valeur de la fréquence ce qui est caractéristique d'un matériau encore très visqueux pour des fréquences aussi élevées. Le module réduit E^*_S croît de 1,91 à 2,65 GPa entre le premier et le quatrième mode pour la plus faible valeur de la distance d'appui $z_1 = 0,5 \mu\text{m}$. La valeur identifiée du coefficient de Poisson ν_S est de 0,34. Les résultats des différents essais : traction, équivalence temps-température en DMA, ultra-nanoindentation pour différentes forces initiales de détection de surface F_0 et SMM, sont reportés sur la figure 1.58. Il apparaît une transition de 3 décades sur le module de Young pour 8 décades en fréquence, soit $3,5 \text{ MPa} \leq E'_S \leq 2 \text{ GPa}$ pour $10^{-3} \text{ Hz} \leq f \leq 10^5 \text{ Hz}$. Ainsi, le SMM permet d'explorer les propriétés de ce matériau à hautes fréquences, en dessous de la température de transition vitreuse T_g à l'ambiante, alors qu'à faible fréquence le matériau est au dessus de cette transition vitreuse $T_g \approx 15^\circ\text{C}$. Les résultats obtenus avec le SMM multimode pour le jeu z_1 sont en accord avec les mesures DMA à $30,5^\circ\text{C}$ et dans la continuité des résultats d'ultra-nanoindentation. Il est également à remarquer le rôle de la contrainte (F_0) en ultra-nanoindentation sur l'étalement de la zone de transition. Ainsi, pour F_0 tendant vers 0, la transition tend vers un échelon de Heaviside au voisinage de $f = 150 \text{ Hz}$. Sur les figures 1.59 et 1.60 sont reportés respectivement le module de perte E''_S ainsi que la tangente de l'angle de perte $\tan(\delta) = \frac{E''_S}{E'_S}$ en fonction de la fréquence pour les essais DMA (équivalence temps-température) et en ultra-nanoindentation. Sur ces figures sont délimitées les zones où l'exploitation des résultats sur la phase des essais SMM devrait apporter des estimations du module de perte et donc de la tangente de l'angle de perte. Cela nécessite évidemment une réécriture du module de comportement et de l'identification en tenant compte de la largeur spectrale du changement de la phase aux différentes résonances.

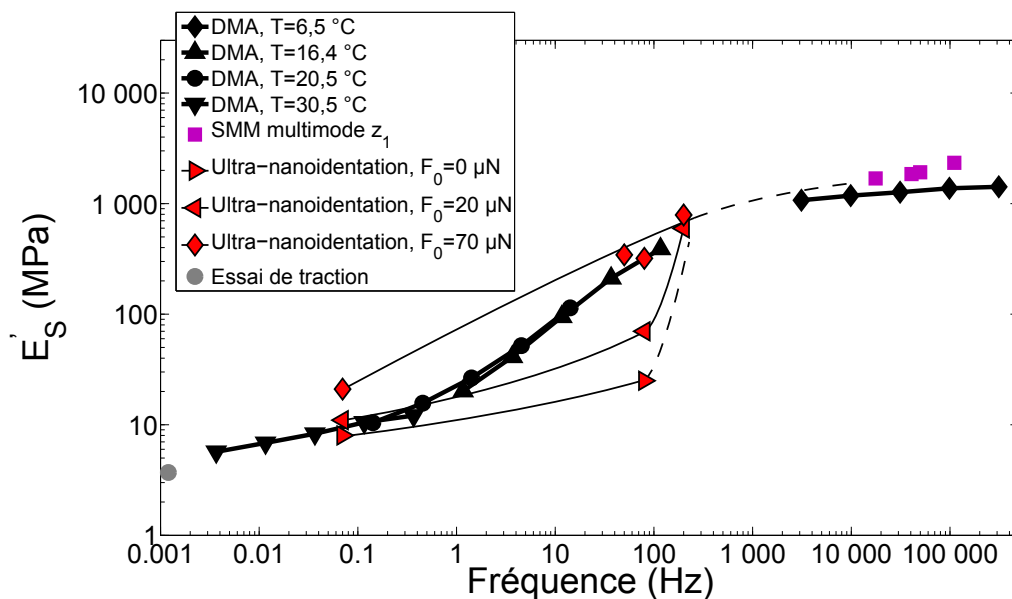


FIGURE 1.58 – Module de stockage E'_S d'un vitrimère à réseau « souple » en fonction de la fréquence d'excitation par différentes méthodes.

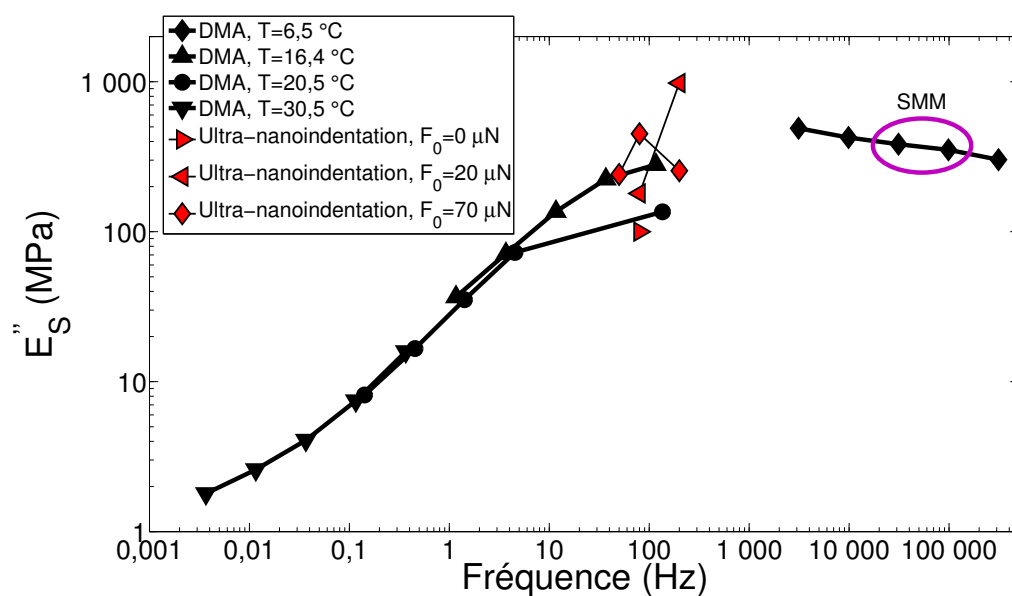


FIGURE 1.59 – Module de perte E''_S d'un vitrimère à réseau « souple » en fonction de la fréquence d'excitation par différentes méthodes.

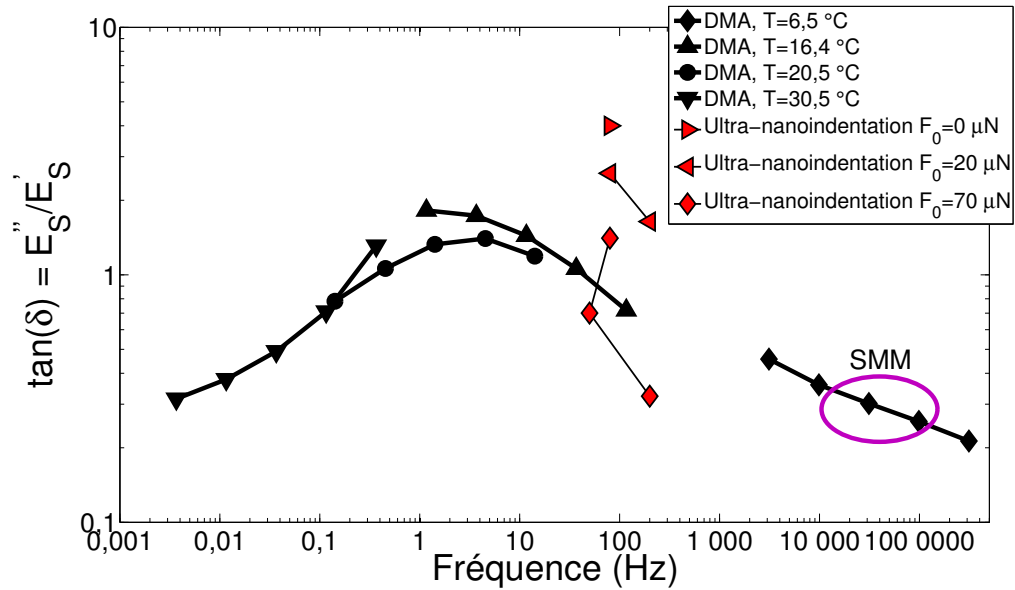


FIGURE 1.60 – Tangente de l'angle de perte $\tan(\delta) = \frac{E''}{E'}$ d'un vitrimère à réseau « souple » en fonction de la fréquence d'excitation par différentes méthodes.

En guise de conclusion, cet exemple montre ce que peut et pourrait apporter ces mesures fréquentielles locales sur la compréhension du comportement complexe de matériaux de types polymères ou élastomères. Il est également à noter que le croisement des résultats issus des différentes techniques expérimentales, aux échelles macro (mm^3) et micro (μm^3), conduit d'une part à asseoir la cohérence des mesures, voire de les discuter, et d'autre part d'apporter des éléments de compréhension quant aux lois de comportement standard et non standard de matériaux complexes, comme celui présenté dit « à mémoire de forme ».

Modes extraits « en contact » sur le vitrimère à réseau « souple »						
Mode	$z_1 = 0,50 \mu m$		$z_2 = 1,00 \mu m$		$z_3 = 1,50 \mu m$	
	Fréquence extraite $f_{contact}$	Résidu d'extraction $\eta_{extract2}^2$	Fréquence extraite $f_{contact}$	Résidu d'extraction $\eta_{extract2}^2$	Fréquence extraite $f_{contact}$	Résidu d'extraction $\eta_{extract2}^2$
1	17617 Hz	$5,14 \cdot 10^{-4}$	22467 Hz	$2,76 \cdot 10^{-4}$	26448 Hz	$4,23 \cdot 10^{-4}$
2	40751 Hz	$4,87 \cdot 10^{-4}$	42198 Hz	$4,85 \cdot 10^{-4}$	45683 Hz	$3,91 \cdot 10^{-4}$
3	49833 Hz	$3,98 \cdot 10^{-4}$	49851 Hz	$3,51 \cdot 10^{-4}$	50234 Hz	$7,09 \cdot 10^{-4}$
4	110467 Hz	$6,12 \cdot 10^{-4}$	113017 Hz	$4,36 \cdot 10^{-4}$	114751 Hz	$5,48 \cdot 10^{-4}$

TABLE 1.24 – Modes extraits « en contact » sur le vitrimère à réseau « souple ».

Résidus et écarts relatifs en fréquence de l'identification « en contact » sur le vitrimère à réseau « souple »			
	$z_1 = 0,50 \mu m$	$z_2 = 1,00 \mu m$	$z_3 = 1,50 \mu m$
Mode	Résidu par mode		
1	$1,44.10^9$	$9,87.10^9$	$5,18.10^8$
2	$2,50.10^9$	$7,87.10^9$	$2,73.10^9$
3	$8,99.10^7$	$1,24.10^8$	$2,15.10^8$
4	$2,73.10^9$	$2,61.10^{10}$	$7,46.10^9$
Résidu global	$6,17.10^{10}$		
Mode	q_i		
1	$7,38.10^{-5}$	$4,90.10^{-4}$	$2,63.10^{-5}$
2	$1,60.10^{-3}$	$7,85.10^{-3}$	absent
3	$4,09.10^{-5}$	$2,09.10^{-4}$	absent
4	$6,37.10^{-7}$	$4,98.10^{-6}$	$6,15.10^{-6}$
Q	$1,03.10^{-3}$		

TABLE 1.25 – Résidus et écarts relatifs en fréquence de l'identification « en contact » sur le vitrimère à réseau « souple ».

Fréquences recalées « en contact » sur le vitrimère à réseau « souple »						
	$z_1 = 0,50 \mu m$		$z_2 = 1,00 \mu m$		$z_3 = 1,50 \mu m$	
Mode	Fréquence extraite	Fréquence recalée	Fréquence extraite	Fréquence recalée	Fréquence extraite	Fréquence recalée
1	17167 Hz	17466 Hz	22467 Hz	22964 Hz	26448 Hz	26586 Hz
2	40751 Hz	42379 Hz	42198 Hz	46939 Hz	45683 Hz	absent
3	49833 Hz	49514 Hz	49851 Hz	49129 Hz	50234 Hz	absent
4	110467 Hz	110555 Hz	113017 Hz	112765 Hz	114751 Hz	114465 Hz

TABLE 1.26 – Fréquences recalées « en contact » sur le vitrimère à réseau « souple ».

Paramètres identifiés pour le vitrimère à réseau « souple »	
Paramètre	Valeur identifiée
E_0^*	$1,57.10^{-15} Pa$
E_f^*	$7,94.10^3 Pa.Hz^{-1}$
E_z^*	$3,55.10^{15} Pa.m^{-1}$
Z	0,397
p_3	5,39
p_{9_0}	$6,09.10^{-3}$
p_{9_a}	$9,41.10^{17} m^{-3}$

TABLE 1.27 – Paramètres identifiés pour le vitrimère à réseau « souple ».

Propriétés mécaniques élastiques du vitrimère à réseau « souple »				
		$z_1 = 0,50 \mu m$	$z_2 = 1,00 \mu m$	$z_3 = 1,50 \mu m$
Mode	Propriété	Valeur identifiée		
1	E_S^*	1,91 GPa	3,73 GPa	5,53 GPa
2		2,10 GPa	3,88 GPa	5,69 GPa
3		2,17 GPa	3,94 GPa	5,72 GPa
4		2,65 GPa	4,45 GPa	6,23 GPa
1	E_S	1,69 GPa	3,29 GPa	4,89 GPa
2		1,85 GPa	3,43 GPa	5,02 GPa
3		1,92 GPa	3,48 GPa	5,05 GPa
4		2,34 GPa	3,93 GPa	5,51 GPa
	ν_S	0,342		

TABLE 1.28 – Propriétés mécaniques élastiques du vitrimère à réseau « souple ».

Différents paramètres issus de l'identification pour le vitrimère à réseau « souple »				
		$z_1 = 0,50 \mu m$	$z_2 = 1,00 \mu m$	$z_3 = 1,50 \mu m$
Mode	Propriété	Valeur identifiée		
1	F_0	-80,8 μN	-168 μN	-256 μN
2		-81,2 μN	-169 μN	-256 μN
3		-81,3 μN	-169 μN	-256 μN
4		-82,1 μN	-169 μN	-257 μN
1	X	11,3	22,5	33,7
2		12,1	23,2	34,4
3		12,3	23,4	34,5
4		14,1	25,4	36,6
1	a	780 nm	798 nm	805 nm
2		756 nm	788 nm	798 nm
3		750 nm	784 nm	796 nm
4		704 nm	754 nm	774 nm
1	p_9	$6,54 \cdot 10^{-2}$	$6,57 \cdot 10^{-2}$	$6,58 \cdot 10^{-2}$
2		$6,50 \cdot 10^{-2}$	$6,55 \cdot 10^{-2}$	$6,57 \cdot 10^{-2}$
3		$6,49 \cdot 10^{-2}$	$6,54 \cdot 10^{-2}$	$6,57 \cdot 10^{-2}$
4		$6,42 \cdot 10^{-2}$	$6,49 \cdot 10^{-2}$	$6,53 \cdot 10^{-2}$
1	δ	-40,6 nm	-42,5 nm	-43,2 nm
2		-38,3 nm	-41,3 nm	-42,4 nm
3		-37,5 nm	-40,9 nm	-42,2 nm
4		-33,0 nm	-37,9 nm	-39,9 nm

TABLE 1.29 – Différents paramètres issus de l'identification pour le vitrimère à réseau « souple ».

1.6/ CONCLUSION

Le SMM monomode a d'abord été décrit intégralement : le résonateur, le dispositif complet, le modèle analytique et la procédure pour obtenir une mesure quantitative du module d'élasticité réduit à l'échelle locale à partir d'un seul mode du capteur vibrant. Ceci constitue le point de départ des travaux effectués lors de cette thèse, à savoir l'analyse multimodale des modes « à vide » et « en contact ». Ensuite, l'évolution du SMM a été présentée : le SMM multimode ayant pour objectif d'obtenir quantitativement et de manière découplée les constantes élastiques des matériaux isotropes à partir de $n > 2$ fréquences de résonance. L'enrichissement du modèle nécessaire à l'approche multimodale a été justifié puis le modèle analytique enrichi a été présenté. La procédure d'identification des paramètres de modélisation à partir de $n > 2$ fréquences de résonance « à vide » (dans l'exemple : $n = 6$), apportant plus de robustesse à la méthode a été exposée et appliquée au résonateur expérimental. Ensuite, la procédure d'identification des constantes élastiques de manière découplée à partir de $n > 2$ fréquences de résonance « en contact » a été présentée (dans les exemples : $n = 4$). L'application de cette procédure à l'exemple d'un polymère, le SU-8, a montré l'efficacité de l'approche multimodale qui a permis de découpler les paramètres élastiques, et de valider cette technique en comparant les résultats à ceux obtenus précédemment avec le SMM monomode et par d'autres techniques de caractérisation. L'application à des matériaux polymères « complexes » comme le tBA/PEGDMA et ultérieurement le vitrimère à réseau « souple » a montré qu'il est possible d'apporter des éléments de compréhension des comportements complexes. Ces applications ont également permis d'observer les limites de la méthode, en particulier celles liées aux procédés mis en place pour solliciter le matériau et réaliser la mesure et qui doivent être travaillés pour s'adapter aux matériaux testés. Globalement les exemples de caractérisation ont montré qu'adapter la procédure d'identification du SMM multimode au comportement du matériau étudié, qui n'est par forcément connu d'avance, est la principale difficulté de cette technique mais c'est aussi une de ses forces puisque la procédure est faite pour être adaptée au comportement du matériau testé.

Dans le chapitre suivant un dispositif interférométrique de mesure du champ de rotation d'une surface chargée « ponctuellement » est présenté. Il a pour finalité d'être ajouté aux systèmes de détection déjà présents sur le SMM. Dès lors, il va être possible de mesurer le champ de rotation dans une direction particulière de la surface de l'échantillon au voisinage de la pointe. Cet apport d'informations va être très utile pour améliorer la robustesse de la procédure de caractérisation des matériaux isotropes car le champ de rotation autour de la pointe en contact dépend du module réduit d'élasticité du matériau, apportant ainsi une équation supplémentaire à la procédure de caractérisation du SMM. De plus, ces informations supplémentaires vont permettre de se diriger vers la caractérisation de matériaux anisotropes car dans ce cas le champ de rotation de la surface de l'échantillon au voisinage de la pointe est dissymétrique par rapport à la zone de chargement. L'étude du champ de rotation doit permettre de déduire l'orientation cristallographique du matériau dans la zone testée et ainsi savoir comment la matière est sollicitée pour pouvoir remonter à ces propriétés élastiques. Cet apport d'informations est aussi utile pour l'identification des paramètres du modèle Z , p_3 et p_9 . Le paramètre p_9 qui dépend de la masse d'échantillon entraînée par la pointe peut être mesuré à partir du champ de rotation au voisinage de la pointe. Cette mesure de champ permet aussi d'accéder au coefficient de Poisson ν_s et donc au paramètre Z . Ainsi, il n'est plus nécessaire d'identifier p_9 et Z à l'aide de la procédure établie, ni de négliger le terme en p_9^2 de la condition de résonance $\mathcal{R}_{contact}$. En outre, la connaissance des paramètres Z et p_9 donne des informations sur les

produits $p_3^2 Z$, $p_3^2 p_9$, $p_3^2 p_9 Z$ et $p_3^2 p_9^2$ contenus dans la condition de résonance $\mathcal{R}_{contact}$ (voir Eq. (A.7)) facilitant ainsi l'identification du paramètre p_3 . Les valeurs précises des paramètres p_9 et p_3 sont actuellement inconnues bien que sur les différentes identifications des valeurs de p_3 comprises entre 5,1 et 5,4 sont trouvées, ce qui converge de manière significative.

IMAGERIE INTERFÉROMÉTRIQUE POUR LA MESURE DU CHAMP DE ROTATION D'UNE SURFACE

2.1/ INTRODUCTION

Ce chapitre présente un système d'imagerie interférométrique en lumière polarisée permettant de mesurer le champ de rotation d'une surface dans une direction particulière. La sensibilité du dispositif repose sur un prisme à gradient uniaxial d'indice. L'objectif de ce microscope est d'être intégré au SMM précédemment décrit afin d'avoir accès au champ de rotation de la surface de l'échantillon chargé par la pointe vibrante. Les informations apportées par ce système permettront de rendre plus robuste la procédure de caractérisation mécanique élastique du SMM et d'ouvrir la voie à la caractérisation de matériaux anisotropes.

Les informations apportées par le système auraient pu concerner le champ de déplacement hors-plan au voisinage de la pointe du SMM. Il existe beaucoup de systèmes d'imagerie interférométrique utilisables en pratique pour accéder à un champ de déplacement, tels que les interféromètres différentiels décrits par Françon ou Nomarski utilisant un polariscope de Savart ou un prisme de Wollaston, respectivement [45]. Il est à noter que dans le cas de l'interféromètre avec un prisme de Wollaston, le système possède une sensibilité au champ de rotation, couramment négligeable par rapport à sa sensibilité au champ de déplacement [46]. Toutefois, il convient de remarquer que l'amplitude du déplacement hors-plan sous la pointe du SMM est généralement de quelques nanomètres voire moins, de sorte qu'il peut devenir difficile d'accéder au champ de déplacement de manière fiable. Ainsi, la zone élastiquement déformée par la pointe du SMM étant assez petite, il est judicieux de mesurer le champ de rotation au lieu du champ de déplacement hors-plan. Ceci peut se justifier en considérant le problème de Boussinesq [47] : un chargement ponctuel appliqué à la surface d'un massif semi-infini, élastique, homogène et isotrope, le champ de déplacement de la surface $w(r)$ varie en $1/r$ (avec r la distance dans le plan entre le point de chargement et le point d'intérêt), il est donc très confiné. Le champ de rotation de la surface $\theta(r)$ est lui de l'ordre de $w(r)/r \propto 1/r^2$ et ainsi peut atteindre des valeurs expérimentalement mesurables car r est très faible. Dans ce genre de cas il devient donc intéressant de mesurer un champ de rotation plutôt qu'un champ de déplacement. De plus, l'intérêt est d'éviter une dérivation du champ expérimental. Parallèlement, il existe de nombreux dispositifs interférométriques [48], [49], [50], [51] ou non interférométriques [52], [53] de mesure angulaire qui permettent une mesure ponctuelle. Il existe aussi des techniques d'imagerie permettant d'obtenir des images du

champ de rotation d'une surface à l'échelle macro, telles que la déflectométrie [54] ou la shearographie [55]. Il a été choisi de développer une nouvelle méthode qui est présentée et appliquée dans le présent chapitre.

Le chapitre se décompose en deux parties. La première est la description complète du dispositif. Ensuite, la procédure de fabrication du prisme et sa modélisation sont exposées pour déboucher sur la modélisation complète du système pour un rayon de lumière. La caractérisation du prisme et la prise en compte du faisceau lumineux complet sont développées dans les annexes. La seconde partie est consacrée à l'application pratique : elle débute par la description de la procédure de calibration du dispositif, nécessaire pour en faire un usage quantitatif. Puis, viennent des exemples expérimentaux qui ont permis de valider le fonctionnement du système et d'en cerner certaines limites. L'intérêt du choix de mesurer le champ de rotation plutôt que le champ de déplacement hors-plan y est aussi justifié dans le cas particulier d'une pointe en appui sur un échantillon (dispositif proche du SMM) [56].

2.2/ MESURE DU CHAMP DE ROTATION

2.2.1/ DISPOSITIF EXPÉRIMENTAL

Un schéma du système d'imagerie interférométrique est présenté sur la figure 2.1. Le système est un dérivé de celui déjà proposé pour mesurer le champ de déplacement hors-plan [46]. Le dispositif est basé sur un prisme présentant un gradient uniaxial d'indice. La source lumineuse est une diode électroluminescente (DEL, $\lambda = 627 \text{ nm}$), spatialement incohérente. Elle est utilisée pour illuminer un cube séparateur de polarisation. Après le séparateur, le faisceau incident sur le prisme est polarisé linéairement à 45° par rapport à la direction du gradient (\mathbf{y}) du prisme biréfringent. Le prisme divise le faisceau incident en deux faisceaux polarisés orthogonalement, avec un petit angle entre eux. L'un de ces faisceaux est polarisé orthogonalement au plan Π , défini par l'axe optique du système et la direction du gradient du prisme (\mathbf{y}), et sera appelé faisceau transverse électrique (TE). L'autre est polarisé dans le plan Π et sera appelé faisceau transverse magnétique (TM). Ces faisceaux sont focalisés sur l'échantillon par un objectif. Après réflexion sur l'échantillon et recombinaison par le prisme biréfringent, le faisceau repasse au travers du cube séparateur de polarisation, qui se comporte cette fois comme un polariseur orthogonal à celui traversé à l'entrée. Le faisceau transmis est finalement focalisé sur une camera CCD (DALSA 1M30, 1024×1024 pixels, 12 *bits*) qui enregistre la figure d'interférence.

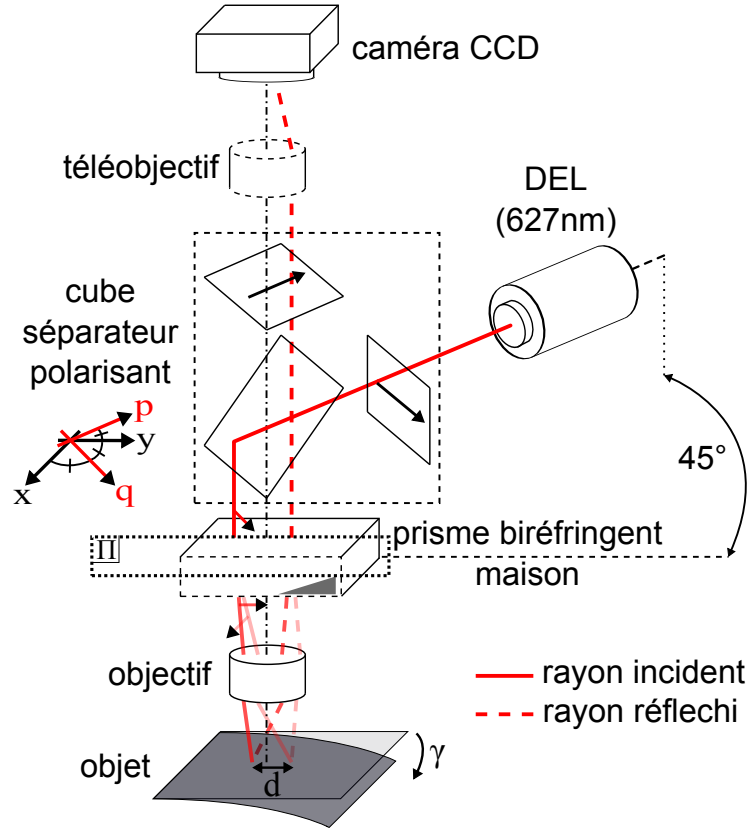


FIGURE 2.1 – Schéma du système d'imagerie interférométrique.

2.2.2/ FIGURE D'INTERFÉRENCE

Notons \mathbf{q} (voir Fig. 2.1) la direction de polarisation du faisceau incident sur le prisme et \mathbf{p} la direction orthogonale. Une diode électroluminescente étant utilisée comme source de lumière, notons E_0 l'amplitude de l'onde incidente (non polarisée), sur le cube séparateur de polarisation et t_p son facteur de transmission en amplitude. Le polariseur est supposé être non-parfait, il a donc un facteur d'atténuation ϵ_p ($\epsilon_p = 0$ pour un polariseur parfait). Le prisme est ainsi éclairé par une combinaison de faisceaux portant les polarisations suivantes :

$$\mathbf{E}_q = E_0 t_p \exp\{j[\omega t - \varphi(S)]\} \mathbf{q} \quad (2.1)$$

$$\mathbf{E}_p = E_0 t_p \epsilon_p \exp\{j[\omega t - \varphi(S)]\} \mathbf{p} \quad (2.2)$$

Comme une source de lumière non polarisée (S) est utilisée, les deux faisceaux sont incohérents et doivent être traités séparément. En conséquence, l'intensité totale I sur la caméra CCD est la somme de l'intensité des deux faisceaux incohérents :

$$I = I_p + I_q \quad (2.3)$$

Notons ϕ le déphasage entre les composantes TM et TE de la polarisation et t_n le facteur de transmission du chemin (prisme-objectif-objet-objectif-prisme). En considérant que $(\mathbf{x}, \mathbf{q}) = (\mathbf{q}, \mathbf{y}) = (\mathbf{y}, \mathbf{p}) = 45^\circ$, l'intensité totale s'écrit :

$$I = I_0 + A \cos(\phi + \pi) \quad (2.4)$$

avec :

$$I_0 = \frac{E_0^2 t_n^2 t_p^4}{2} (1 + \epsilon_p^2)^2 \quad (2.5)$$

$$A = \frac{E_0^2 t_n^2 t_p^4}{2} (1 - \epsilon_p^2)^2 \quad (2.6)$$

Le contraste C de la figure d'interférence s'écrit alors :

$$C = \frac{A}{I_0} = \frac{(1 - \epsilon_p^2)^2}{(1 + \epsilon_p^2)^2} \quad (2.7)$$

Pour un polariseur parfait ($\epsilon_p = 0$), le contraste C est égal à 1, il décroît si ϵ_p augmente.

2.2.3/ PRISME BIRÉFRINGENT

2.2.3.1/ PROCÉDÉ DE FABRICATION

L'élément clé de ce système d'imagerie est son prisme biréfringent. Le plan (O_1xy) correspond à la surface d'entrée du prisme (voir Fig. 2.2). Un état de contrainte hétérogène est figé dans le matériau pour y induire un état de biréfringence hétérogène. Pour obtenir un gradient uniaxial de contraintes sur la composante σ_{xx} , dans la direction y , il faut imposer un moment de flexion, porté par l'axe z , homogène dans le prisme.

En pratique, le prisme est obtenu à partir d'une résine époxy PS-8A (Vishay Micro-Measurements). Une éprouvette est usinée (voir Annexe D pour le dimensionnement) dans la plaque de polymère et est ensuite chauffée au-dessus de sa température de transition vitreuse ($T_g \approx 85^\circ\text{C}$). Elle subit ensuite un essai de traction hors axe, comme décrit par la Fig. 2.2. L'éprouvette est finalement refroidie à température ambiante en maintenant la force appliquée, pour figer l'état de biréfringence dans le prisme. En jouant sur la géométrie de l'éprouvette et le chargement, il est possible d'obtenir un large éventail de valeurs pour le gradient d'indice (voir Annexe D pour le dimensionnement des éprouvettes fabriquées). A l'aide de la théorie des poutres, il est possible d'écrire le tenseur des contraintes dans le prisme $\underline{\underline{\sigma}}$:

$$\underline{\underline{\sigma}} = \begin{pmatrix} Gy & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{pmatrix}_{(x,y,z)} \quad (2.8)$$

avec : G la valeur du gradient de contraintes.

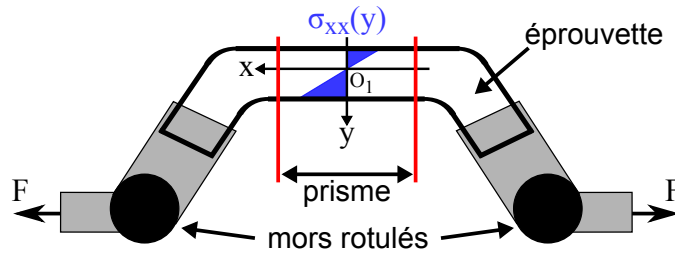


FIGURE 2.2 – Schéma de la disposition utilisée pour figer un gradient de contraintes dans l'éprouvette.

La photographie 2.3 correspond à une éprouvette après décharge observée entre 2 polariseurs croisés et éclairée par une lampe au sodium. Les franges d'interférences sont directement liées à l'état de contrainte figé dans le matériau. Il est alors possible, à partir d'une telle image, de mesurer l'interfrange et de remonter à la valeur du gradient d'indice (voir Annexe E pour le détail).

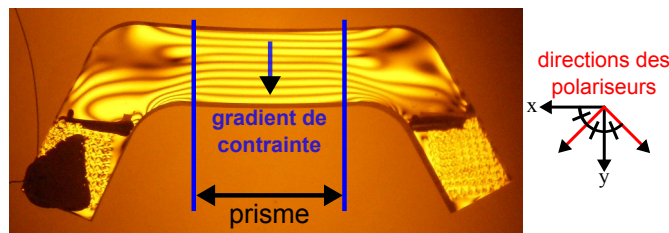


FIGURE 2.3 – Photographie d'une éprouvette entre 2 polariseurs croisés, éclairée par une lampe au sodium ($\lambda_{Na} = 589 \text{ nm}$).

2.2.3.2/ INDICE DE RÉFRACTION

Pour la description du prisme, définissons le plan Π_0 tels que $\sigma_{xx}(y) = 0$. Décrivons le prisme dans le plan (O_1yz) où O_1 est l'intersection entre l'axe y et le plan Π_0 . (O_1yz) est par construction confondu avec le plan Π (voir Fig. 2.4).

La présence du gradient uniaxial de contraintes figé se traduit par un gradient d'indice de réfraction dans le prisme. Initialement, le matériau non contraint a un indice de réfraction $n^* = 1,52$ (mesuré au réfractomètre) identique pour les rayons TE et TM. Du fait de la disposition décrite dans la figure 2.2, les rayons TM sont polarisés dans la direction y . Comme σ_{yy} est égal à 0 partout, l'indice TM est égal à n^* pour n'importe quel point d'entrée ($n_{TM} = n^*$). Par contre, les rayons TE sont polarisés dans la direction x et donc subissent la variation d'indice de réfraction provoquée par σ_{xx} . Comme σ_{xx} dépend linéairement de y , l'indice TE varie linéairement avec y . L'indice de réfraction n_{TE} s'écrit :

$$n_{TE} = n^* + C_b G y = n^* + c_{TE} y \quad (2.9)$$

avec : C_b la constante photo-élastique du matériau. La plaque de polymère utilisée pour fabriquer le prisme ayant une épaisseur de 3 mm , un gradient d'indice c_{TE} de l'ordre de $0,1 \text{ m}^{-1}$ est obtenu.

2.2.3.3/ TRACÉ DES RAYONS

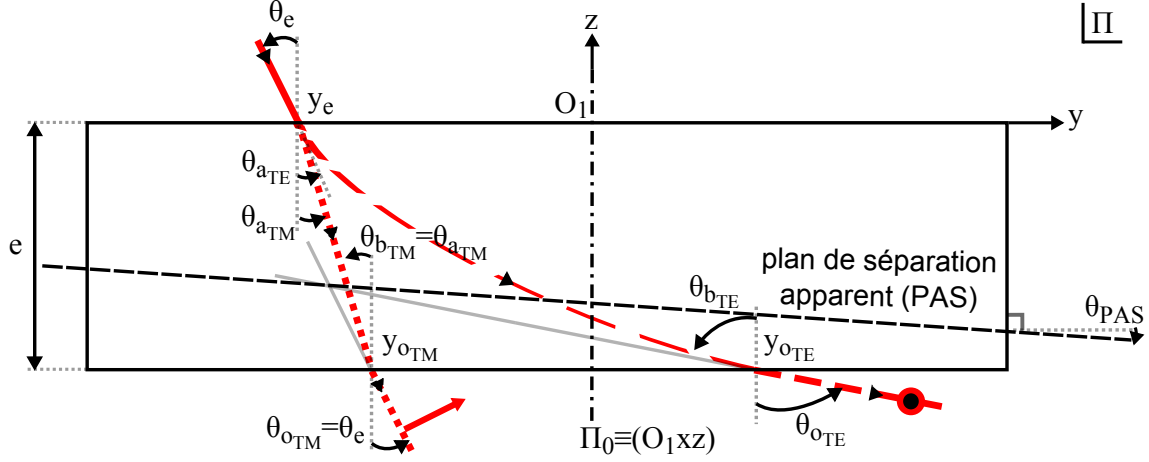


FIGURE 2.4 – Tracé des rayons dans le prisme.

La figure 2.4 montre (dans le plan Π) la décomposition par le prisme d'un rayon incident en deux rayons émergents. En considérant que l'indice de réfraction de l'environnement autour du prisme (air) est égal à 1, la loi de Snell-Descartes sur son interface d'entrée s'écrit :

$$\sin \theta_e = n_{TM} \sin \theta_{aTM} = n_{TE}(y_e) \sin \theta_{aTE} \quad (2.10)$$

avec : θ_e l'angle d'incidence, y_e le point d'entrée et θ_{aTE} et θ_{aTM} les angles de réfraction des rayons TE et TM à l'interface d'entrée. La loi de Snell-Descartes pour l'interface de sortie du prisme s'écrit :

$$n_{TM} \sin \theta_{bTM} = \sin \theta_{oTM} = \sin \theta_e \quad (2.11)$$

$$n_{TE}(y_{oTE}) \sin \theta_{bTE} = \sin \theta_{oTE} \quad (2.12)$$

avec : y_{oTE} le point de sortie du rayon TE, θ_{bTE} et θ_{bTM} les angles d'incidence des rayons TE et TM à l'interface de sortie. θ_{oTE} et θ_{oTM} sont les angles sous lesquels les rayons TE et TM émergent du prisme.

La relation entre les angles d'entrée et de sortie (incident et émergent) pour le rayon TE est donnée par l'équation eikonale [57] et s'écrit :

$$\theta_{bTE} = \theta_{aTE} + \epsilon + o(\theta_{aTE}^3, \epsilon^3) \quad (2.13)$$

avec :

$$\epsilon = \frac{c_{TE} e}{n_{TE}(y_e)} \approx 3 \times 10^{-4} \text{ rad} \quad (2.14)$$

Elle dépend de l'épaisseur du prisme e , du gradient d'indice et de l'indice de réfraction du rayon TE au point d'entrée. ϵ représente la déflexion du rayon TE dans le prisme due au

gradient de birefringence.

Pour le rayon TM, la relation entre les points d'entrée y_e et de sortie y_{oTM} s'écrit :

$$y_{oTM} = y_e + e \tan \theta_{aTM} \quad (2.15)$$

Pour le rayon TE, cette relation vient aussi de l'équation eikonale [57] et s'écrit :

$$y_{oTE} = y_e + e \left(\theta_{aTE} + \frac{\epsilon}{2} \right) + o(\theta_{aTE}^3, \epsilon^3) \quad (2.16)$$

La séparation entre les rayons TE et TM émergents s'écrit :

$$\theta_{oTE} - \theta_{oTM} = c_{TE}e + o(\theta_e^3, \epsilon^3) \sim 10^{-4} \text{ rad} \quad (2.17)$$

Elle dépend seulement de l'épaisseur du prisme et de son gradient d'indice.

La suite du raisonnement sera facilitée en définissant le plan de séparation apparent (PAS, voir la ligne tiretée sur la Fig. 2.4). A chaque rayon incident correspond un point du PAS, il s'agit du point où les rayons TE et TM semblent se diviser. Pour le faisceau de rayons au complet, cela donne au 1^{er} ordre, un plan dont l'équation du PAS s'écrit :

$$z = \tan(\theta_{PAS})y - e \left(1 - \frac{1}{2n^*} \right) + o(\theta_e^2, \epsilon^2, (c_{TE}y_e)^2) \quad (2.18)$$

avec :

$$\theta_{PAS} = \frac{ec_{TE} + 2\theta_e}{2n^{*2}} + o(\theta_e^2, \epsilon^2, (c_{TE}y_e)^2) \quad (2.19)$$

θ_{PAS} est l'angle entre le PAS et la surface du prisme (voir Fig. 2.4). Le développement limité par rapport à $c_{TE}y_e$ est possible parce que $c_{TE}y_e \ll n^*$ dans l'équation de ϵ (voir Eq. (2.14)).

2.2.3.4/ CHEMIN OPTIQUE DANS LE PRISME

L'indice de réfraction du rayon TM est constant au cours de sa traversée du prisme, donc sa trajectoire est rectiligne et son chemin optique L_{TM} s'écrit :

$$L_{TM} = n^* \frac{e}{\cos \theta_{aTM}} = \frac{n^{*2} e}{\sqrt{n^{*2} - \sin^2 \theta_e}} \quad (2.20)$$

Ainsi, la longueur du chemin optique pour le rayon TM ne dépend que de l'angle d'incidence (voir Fig. 2.4) et pas du point d'entrée.

Pour le rayon TE, le chemin optique s'écrit :

$$L_{TE} = \int_{-e}^0 \frac{n_{TE}(y_{TE}(z))}{\cos(\theta_{TE}(z))} dz \quad (2.21)$$

avec :

$$y_{TE}(z) = y_e - z \left[\frac{\theta_e}{n_{TE}(y_e)} - \frac{\epsilon z}{2e} + o(\theta_e^3, \epsilon^3) \right] \quad (2.22)$$

$$\theta_{TE}(z) = \frac{\theta_e}{n_{TE}(y_e)} - \frac{\epsilon z}{e} + o(\theta_e^3, \epsilon^3) \quad (2.23)$$

Après développement limité par rapport à θ_e et ϵ puis intégration, l'équation suivante est obtenue pour le chemin optique du rayon TE :

$$L_{TE} = e \left[n_{TE}(y_e) \left(1 + \frac{\epsilon^2}{6} \right) + \frac{c_{TE}e}{6} \epsilon + \epsilon \theta_e + \frac{\theta_e^2}{2n_{TE}(y_e)} \right] + o(\theta_e^3, \epsilon^3) \quad (2.24)$$

L_{TE} dépend à la fois de l'angle d'incidence θ_e et du point d'entrée y_e .

2.2.4/ DIFFÉRENCE DE MARCHE

Considérons que le déphasage optique ϕ dû au trajet prisme-objectif-objet-objectif-prisme peut être décomposé en deux termes. Notons ϕ_p la contribution due au prisme biréfringent et ϕ_o celle due à l'ensemble objet-objectif.

$$\phi = \phi_p + \phi_o \quad (2.25)$$

Chacune des contributions est explicitée ci-après.

2.2.4.1/ DIFFÉRENCE DE MARCHE DUE AU PRISME BIRÉFRINGENT

La figure 2.5 présente le trajet complet des deux rayons émergents tracés sur la figure 2.4. δ_{PAS} et α_{PAS} décrivent, respectivement, la position et l'inclinaison du PAS réel par rapport au plan focal arrière de l'objectif. Le point O_2 est l'intersection du PAS avec l'axe optique. Il est l'origine du repère (O_2YZ), avec l'axe Z confondu avec l'axe optique et l'axe Y dans le plan Π . Δ est la distance entre O_2 et O_1 projetée sur Y (si $\Delta = 0$, O_1 et O_2 sont sur l'axe optique). γ_{TE} et γ_{TM} définissent l'orientation de la surface de l'objet pour les rayons TE et TM, respectivement. Les deux rayons émergent du PAS au point dont la projection orthogonale sur l'axe Y est Y_{PAS} . Ensuite, ils traversent l'objectif, se réfléchissent sur l'objet et reviennent couper le PAS aux points $Y'_{PAS_{TE}}$ et $Y'_{PAS_{TM}}$:

$$Y'_{PAS_i} = -Y_{PAS} - 2 \left[\alpha_{PAS} + \left(1 + \frac{1}{n^{*2}} \right) \theta_e + n^* \epsilon + \frac{ec_{TE}}{2n^{*2}} \right] \delta_{PAS} - 2 \frac{f_o^2 + Y_{PAS}^2}{f_o} \gamma_i + o(\alpha_{PAS}^2, \theta_e^2, \theta_{PAS}^2, \epsilon^2, \gamma_i^2) \quad (2.26)$$

où i correspond à TE ou TM .

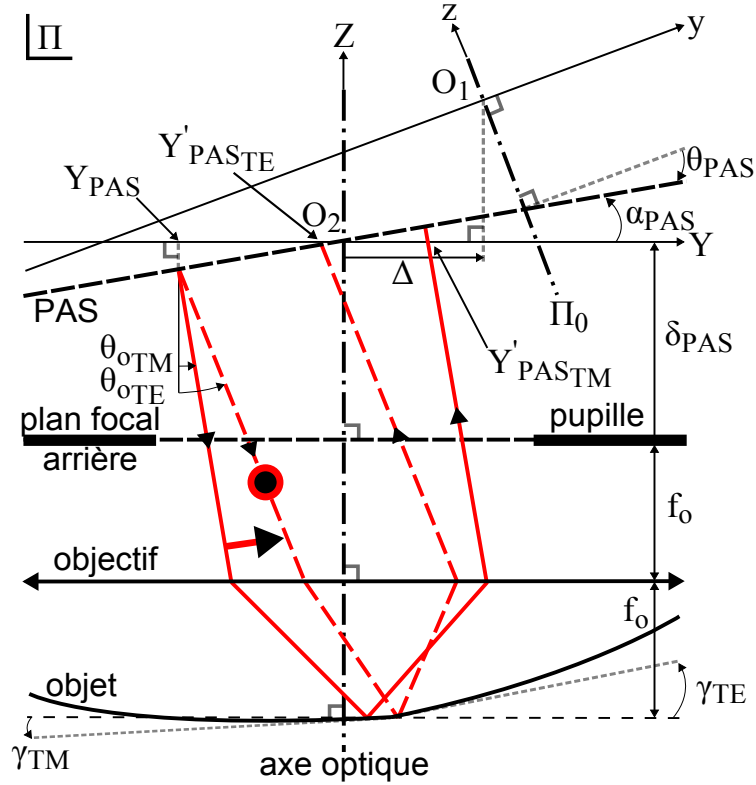


FIGURE 2.5 – Tracé des rayons à travers l'objectif pour les deux rayons émergents de la Fig. 2.4.

La position Y'_{PAS_i} dépend de la position Y_{PAS} , de la focale de l'objectif f_o , de l'angle d'incidence θ_e , de la position du PAS (Δ_{PAS} et α_{PAS}) et de l'orientation de la surface de l'objet (γ_i) au point d'incidence. Comme décrit dans l'équation (2.24), le chemin optique dans le prisme pour le rayon TE dépend de son point d'entrée. Pour le trajet retour de TE, la position du point d'entrée ($Y'_{PAS_{TE}}$) dépend de γ_{TE} , de sorte que le chemin optique retour du rayon TE dépend de γ_{TE} . L'équation (2.20) indique que le chemin optique dans le prisme pour le rayon TM ne dépend que de l'angle d'incidence et ne dépend pas du point d'entrée dans le prisme. En conséquence, le chemin optique dans le prisme pour le rayon TM est indépendant de l'orientation de l'objet γ_{TM} . Finalement, la phase optique totale dépend de γ_{TE} . Ceci démontre comment le système est sensible à l'orientation de l'objet au point où se réfléchit le rayon TE et insensible à son orientation au point où se réfléchit le rayon TM. Le faisceau TM sera donc considéré comme un faisceau de référence pour l'interféromètre. La différence de marche due au prisme biréfringent correspond à la différence entre les chemins optiques des rayons TE et TM :

$$L_p(\gamma_{TE}) = [L_{TE_{aller}} + L_{TE_{retour}}(\gamma_{TE})] - [L_{TM_{aller}} + L_{TM_{retour}}] \quad (2.27)$$

A partir des équations (2.20), (2.24) et (2.27) et avec un développement limité par rapport à α_{PAS} , θ_e , θ_{PAS} , ϵ et γ_{TE} , la différence de marche s'écrit :

$$L_p = c_{TE}e \left\{ - \left[2 \left(1 + \frac{1}{n^{*2}} \right) \delta_{PAS} + \frac{e}{n^*} \right] \theta_e - 2\Delta - \left[2n^* \delta_{PAS} - \frac{e}{3} \right] \epsilon - \frac{c_{TE}e}{n^{*2}} \delta_{PAS} - 2\delta_{PAS} \alpha_{PAS} - 2 \frac{f_o^2 + Y_e^2}{f_o} \gamma_{TE} \right\} + o(\alpha_{PAS}^2, \theta_e^2, \theta_{PAS}^2, \epsilon^2, \gamma_{TE}^2) \quad (2.28)$$

avec : Y_e le point d'entrée dans le prisme (projeté sur l'axe Y). Δ peut être modifié en translatant le prisme dans le système. Ainsi ce paramètre sera utilisé pour moduler la phase.

En utilisant l'équation (2.28), il est possible d'écrire la phase $\phi_p = \frac{2\pi}{\lambda} L_p$ sous la forme suivante :

$$\phi_p = \phi_{\gamma_{TE}} + \phi_{\Delta} + \phi_{\theta_e} + \phi_r \quad (2.29)$$

avec :

$$\phi_{\gamma_{TE}} = -\frac{4\pi}{\lambda} c_{TE}e \frac{f_o^2 + Y_e^2}{f_o} \gamma_{TE} + o(\gamma_{TE}^2) \quad (2.30)$$

$$\phi_{\Delta} = -\frac{4\pi}{\lambda} c_{TE}e \Delta + o(\theta_{PAS}^2) \quad (2.31)$$

$$\phi_{\theta_e} = -\frac{2\pi}{\lambda} c_{TE}e \left[2 \left(1 + \frac{1}{n^{*2}} \right) \delta_{PAS} + \frac{e}{n^*} \right] \theta_e + o(\theta_e^2, \theta_{PAS}^2) \quad (2.32)$$

$$\phi_r = -\frac{2\pi}{\lambda} c_{TE}e \left[\left(2\alpha_{PAS} + \frac{c_{TE}e}{n^{*2}} \right) \delta_{PAS} + \left(2n^* \delta_{PAS} - \frac{e}{3} \right) \epsilon \right] + o(\alpha_{PAS}^2, \theta_{PAS}^2, \epsilon^2) \quad (2.33)$$

La sensibilité à la rotation $s_{\gamma_{TE}} = \frac{\partial \phi}{\partial \gamma_{TE}}$ dépend de l'épaisseur du prisme e et du gradient d'indice c_{TE} . De plus, elle augmente avec la focale de l'objectif f_o et avec la position du point d'entrée dans le prisme Y_e . L'équation (2.28) n'est valable que pour un rayon. Pour le faisceau complet, la sensibilité à la rotation dépend de l'ouverture numérique de l'objectif (voir Annexe F pour le traitement du faisceau complet).

En outre, il est possible de mettre en évidence avec un développement limité au second ordre que les contributions dues aux défauts de mise en position du prisme (δ_{PAS} et α_{PAS}) et à l'angle d'incidence (θ_e) influent sur la sensibilité de la phase à γ_{TE} .

$$\phi_{\gamma_{TE}} = -\frac{4\pi}{\lambda} c_{TE}e \frac{f_o^2 + Y_e^2}{f_o} \gamma_{TE} + \phi_{\gamma_{TE} \delta_{PAS} \alpha_{PAS}} + \phi_{\gamma_{TE} \theta_e} + o(\gamma_{TE}^3, \theta_e^3, \theta_{PAS}^3, \alpha_{PAS}^3) \quad (2.34)$$

avec :

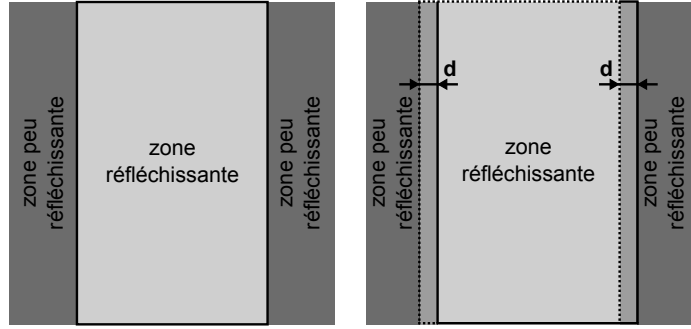
$$\phi_{\gamma_{TE} \theta_e} = -\frac{4\pi c_{TE}e}{\lambda n^* f_o} \left[\frac{c_{TE}e (f_o^2 + Y_e^2)}{n^*} + e Y_e \right] \theta_e \gamma_{TE} \sim 10^0 \times \gamma_{TE} \quad (2.35)$$

$$\phi_{\gamma_{TE} \delta_{PAS} \alpha_{PAS}} = -\frac{8\pi c_{TE}e Y_e \delta_{PAS}}{\lambda f_o} \left(\alpha_{PAS} + \frac{c_{TE}e}{2n^{*2}} \right) \gamma_{TE} \sim 10^0 \times \gamma_{TE} \quad (2.36)$$

Ces équations montrent la façon dont la contribution à la phase de la rotation γ_{TE} est modifiée par l'angle d'incidence et les défauts de mise en place du prisme. Ces contributions du second ordre restent toutefois négligeables par rapport à la contribution du premier ordre ($\phi_{\gamma_{TE}} \sim 10^2 \times \gamma_{TE}$), ainsi elles seront négligées par la suite. Enfin, le décalage latéral d entre les rayons TE et TM lors de leur réflexion sur l'objet (voir Fig. 2.1) s'écrit :

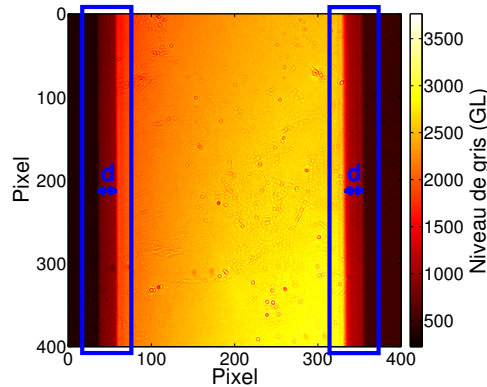
$$d = f_o c_{TE} e + o(\theta_e^2, \theta_{PAS}^2, \alpha_{PAS}^2, \epsilon^2) \quad (2.37)$$

Il dépend de la focale de l'objectif f_o ainsi que de l'épaisseur du prisme et du gradient d'indice. d correspond à la séparation dans le plan objet et dans la direction Y , entre les deux images réfléchies de l'échantillon due à la biréfringence. d est obtenu en mesurant la séparation entre les images superposées TE et TM sur une image faite avec le microscope, comme par exemple celle de la figure 2.6. Dans ce cas, la mesure expérimentale donne $d_{\text{exp}} \approx 7,86 \mu\text{m}$ alors que théoriquement $d_{\text{th}} = 8,34 \mu\text{m}$. La différence est principalement due à la valeur du gradient d'indice c_{TE} qui est la valeur théorique la moins bien évaluée des trois (voir Tab. E.1 pour l'incertitude sur la valeur de c_{TE}).



(a) Schéma de l'objet.

(b) Schéma de l'objet avec les images TE (ligne en pointillés) et TM (ligne continue) superposées.



(c) Image réelle de l'objet au microscope avec les images TE et TM superposées. Objectif : $f_o = 20 \text{ mm}$. Prisme : $c_{TE} = 0,139 \text{ m}^{-1}$ (mesurée) et $e = 3 \text{ mm}$.

FIGURE 2.6 – Illustration du décalage d entre les images superposées TE et TM.

2.2.4.2/ DIFFÉRENCE DE MARCHÉ DUE À L'OBJET

En plus de ϕ_p , il y a aussi une contribution à la phase due à l'ensemble objet-objectif. Prenons le cas d'un échantillon incliné et comportant une marche (hauteur $\Delta Z = Z_{TE} - Z_{TM}$), les rayons TE et TM se réfléchiront alors à des hauteurs différentes (voir Fig. 2.7). Pour simplifier ce cas, considérons le plan focal arrière de l'objectif et le PAS confondus. Selon le principe de Fermat, l'inclinaison de l'objet n'induit pas de déphasage supplémentaire dans le chemin objet-objectif-objectif. Cependant, la marche induit un déphasage ϕ_o . En supposant un indice de réfraction de l'environnement égal à 1, il s'écrit :

$$\phi_o = -\frac{4\pi}{\lambda} \Delta Z \cos \alpha \quad (2.38)$$

avec : α l'angle d'incidence d'un rayon sur l'objet. L'ensemble des α à prendre en compte est défini par l'ouverture de l'objectif. Pour le faisceau complet, il faut prendre en compte toutes les valeurs possibles via une intégration dont le résultat dépendra de l'ouverture numérique NA de l'objectif (voir Annexe F).

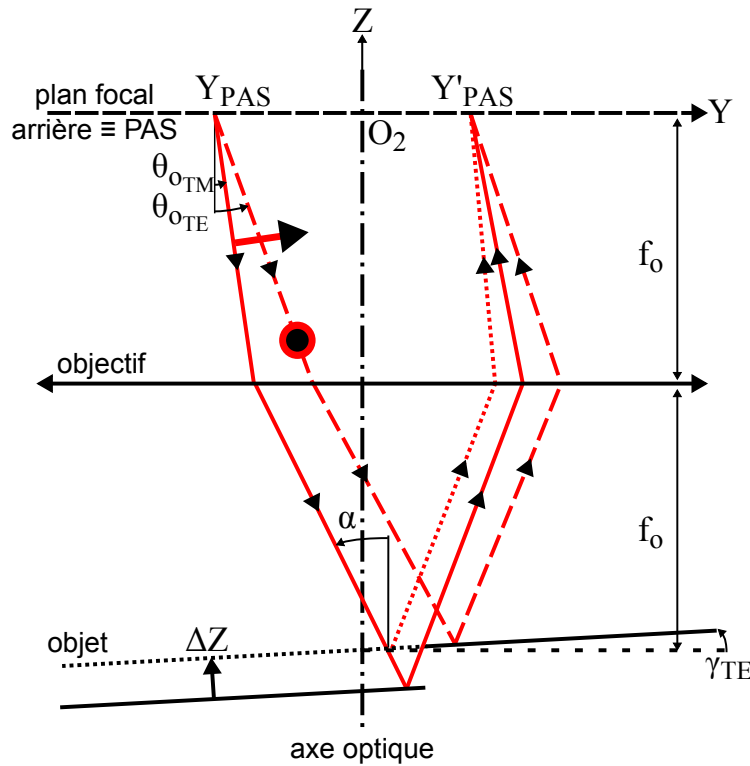


FIGURE 2.7 – Tracé des rayons pour un échantillon incliné, avec une marche.

2.3/ CALIBRATION ET EXEMPLES

Les paramètres qui pilotent la sensibilité de la phase à la rotation dépendent de l'ouverture numérique et donc de l'éclairage, il est alors nécessaire d'appliquer une procédure

de calibration avant de pouvoir effectuer des mesures pratiques. Cette partie va présenter la calibration du système puis des exemples concrets, dans une situation semblable à celle du SMM, pour valider la modélisation et le fonctionnement de ce dispositif d'imagerie et en exhiber les limites.

2.3.1/ CALIBRATION

L'étape de calibration consiste à tracer des interférogrammes en inclinant progressivement un objet plan sous le microscope. L'objet est un échantillon de PDMS, chargé à 50wt% de nano-particules de Co. Il est incliné de $\delta\gamma = -5^\circ$ à 5° par pas de $0,05^\circ$ par rapport à son orientation initiale (inconnue) γ_d . Des images de l'intensité lumineuse sont acquises à chaque valeur de l'inclinaison. Cette expérience donne un interférogramme pour chaque pixel, c'est eux qui sont utilisés pour recalibrer les paramètres de modélisation. Pour la calibration, l'équation de la phase pour un rayon (voir Eq. F.2) est réécrite :

$$\phi(K, \gamma_d + \delta\gamma, \Psi, \alpha) = -K[1 + \sin^2(\alpha)][\gamma_d + \delta\gamma] + \Psi \quad (2.39)$$

avec :

$$K = \frac{4\pi}{\lambda} c_{TE} e f_o \quad (2.40)$$

$$\gamma_d + \delta\gamma = \gamma_{TE} = \gamma_{TM} \quad (2.41)$$

$$\Psi = \phi_{\theta_e} + \phi_{\Delta} + \phi_r \quad (2.42)$$

Ψ représente la contribution à la phase indépendante de γ_{TE} . Dans cette configuration, où l'objet est plan, la contribution due à l'objet (2.38) disparaît. En raison de sa dépendance à θ_e , Ψ s'écrit :

$$\Psi = \Psi_a Y + \Psi_b \quad (2.43)$$

avec :

$$\Psi_a Y = \phi_{\theta_e}$$

$$\Psi_b = \phi_{\Delta} + \phi_r \quad (2.44)$$

Notons NA l'ouverture numérique de l'objectif. En prenant en compte l'ensemble de l'ouverture, l'équation (2.4) est modifiée en pondérant et en sommant la contribution de chaque rayon utile du faisceau complet (voir Annexe F). L'équation de l'intensité (F.3) s'écrit alors :

$$I(K, \gamma_d + \delta\gamma, \Psi, \gamma_c, NA, m) = I_0 + AF(\gamma_d + \delta\gamma, \gamma_c, NA, m, K, \Psi) \quad (2.45)$$

F est la somme pondérée de la contribution de chacun des rayons utiles (certains rayons lumineux sont perdus au niveau de la pupille de l'objectif, en fonction de l'inclinaison). m est un paramètre utilisé pour décrire l'éclairage de la pupille. Il est utilisé dans la fonction

d'apodisation P_m qui décrit la répartition de l'intensité lumineuse sur la pupille (voir Eq. F.8). γ_c décrit une perturbation sur le flux collecté (voir Fig. F.1). Il est utilisé pour prendre en compte les phénomènes négligeables qui ne sont pas décrits dans le modèle, comme par exemple la distance entre la pupille et le plan focal arrière. Il modifie la pseudo-période de l'intensité en fonction de l'inclinaison. γ_c est considéré comme dépendant de Y :

$$\gamma_c = \gamma_{c_a} Y + \gamma_{c_b} \quad (2.46)$$

Les paramètres de modélisation appartiennent à deux catégories différentes. La première contient les paramètres globaux (paramètres qui ont la même valeur pour tous les pixels) : $K, \gamma_d, NA, m, \Psi_a, \Psi_b, \gamma_{c_a}$ et γ_{c_b} . La seconde contient les paramètres locaux (paramètres qui ont une valeur différente pour chaque pixel) : I_0 et A . Partant d'un jeu de paramètres globaux $p = \{\gamma_d, \gamma_c(\gamma_{c_a}, \gamma_{c_b}), NA, m, K, \Psi(\Psi_a, \Psi_b)\}$, la première étape de la procédure de recalage consiste à calculer $F(p, \delta\gamma)$ pour toutes les valeurs de $\delta\gamma$. Pour chaque pixel (i, j) , le résidu local \mathcal{R}_0^2 s'écrit :

$$\mathcal{R}_0^2(p, I_0(i, j), A(i, j)) = \sum_{\delta\gamma} \{I_{\text{exp}}(i, j, \delta\gamma) - [I_0(i, j) + A(i, j)F(p, \delta\gamma)]\}^2 \quad (2.47)$$

Les valeurs optimales $\tilde{I}_0(i, j)$ et $\tilde{A}(i, j)$ sont obtenues en minimisant le résidu \mathcal{R}_0^2 par rapport à $I_0(i, j)$ et $A(i, j)$. Par l'utilisation de plus de 2 valeurs différentes de $\delta\gamma$, la condition de stationnarité donne un système linéaire surdéterminé pour chaque pixel :

$$I_{\text{exp}}(i, j, \delta\gamma) = I_0(i, j) + A(i, j)F(p, \delta\gamma) \quad (2.48)$$

La qualité de la description est ensuite évaluée localement par :

$$\mathcal{R}_1^2(p, i, j) = \min_{I_0(i, j), A(i, j)} \mathcal{R}_0^2(p, I_0(i, j), A(i, j)) = \mathcal{R}_0^2(p, \tilde{I}_0(i, j), \tilde{A}(i, j)) \quad (2.49)$$

Un résidu global, prenant en compte les résidus \mathcal{R}_1^2 de chaque pixel (i, j) , est alors défini :

$$\mathcal{R}_2^2(p) = \frac{\sum_{i,j} \mathcal{R}_1^2(p, i, j)}{\sum_{i,j} \sum_{\delta\gamma} [I_{\text{exp}}(i, j, \delta\gamma)]^2} \quad (2.50)$$

Le jeu de paramètres \tilde{p} est obtenu en minimisant le résidu \mathcal{R}_2^2 , à l'aide de la méthode du gradient conjugué de Polak-Ribière [37]. Le résidu final s'écrit :

$$\mathcal{R}_3^2 = \min_p \mathcal{R}_2^2(p) = \mathcal{R}_0^2(\tilde{p}, \tilde{I}_0(i, j), \tilde{A}(i, j)) \quad (2.51)$$

$\{\tilde{p}, \tilde{I}_0(i, j), \tilde{A}(i, j)\}$ est le jeu de paramètres recalés finalement obtenu. Cette procédure de calibration doit être effectuée après chaque modification de la configuration du système. Les interférogrammes obtenus pour trois pixels différents, répartis le long de l'axe Y , sont représentés dans les figures 2.8. La position du centre des interférogrammes est pilotée par le paramètre Ψ . L'atténuation du signal par rapport à l'inclinaison absolue (enveloppe supérieure) est pilotée par NA, m et γ_d . La pseudo-période est pilotée par NA, K et γ_c . Les

valeurs nominales et identifiées des paramètres globaux et locaux, calculées à partir de 160 pixels distribués régulièrement le long des 2 lignes qui apparaissent sur la figure 2.15 (80 pixels régulièrement distribués par ligne), sont données dans les tableaux 2.1, 2.2 et 2.3, respectivement. Seulement 160 des 1024×1024 pixels sont utilisés pour le recalage afin de réduire le temps de calcul. Avec 160 pixels, le recalage a pris environ 2 à 3 jours. Si les 1024×1024 pixels avait été utilisés, le calcul aurait pu durer plusieurs mois voire années. La comparaison entre les valeurs recalées et nominales fait apparaître que la valeur recalée de NA est la même que sa valeur expérimentale à moins de 2,4%. m est proche de 0 donc la répartition de la lumière sur la pupille est à peu près homogène. La valeur recalée de K est inférieure à celle initialement estimée, tout comme l'était celle du décalage d (voir 2.2.4.1). Cela est dû, dans les deux cas, à la valeur nominale de c_{TE} qui est estimée avec une incertitude de plus de 10%. La valeur de la désorientation initiale de l'objet γ_d identifiée est d'environ $3,7^\circ$ ce qui est une valeur réaliste, considérant que les faces inférieure et supérieure de l'échantillon réel ne sont pas nécessairement parallèles. Finalement, le résidu \mathcal{R}_3^2 obtenu vaut environ $2,31 \cdot 10^{-3}$ ce qui montre la bonne qualité du recalage. La figure 2.9 montre la répartition du résidu sur les 2 lignes et leurs 80 pixels où le recalage a été effectué. Les valeurs de ces résidus « locaux » restent semblables pour tous les pixels, elles sont comprises entre $0,75 \cdot 10^{-5}$ et $3 \cdot 10^{-5}$. La somme des valeurs en chacun de ces pixels correspond au résidu \mathcal{R}_3^2 .

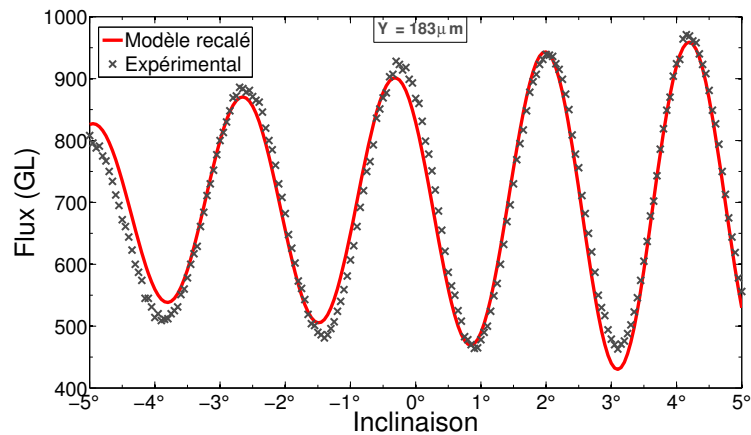
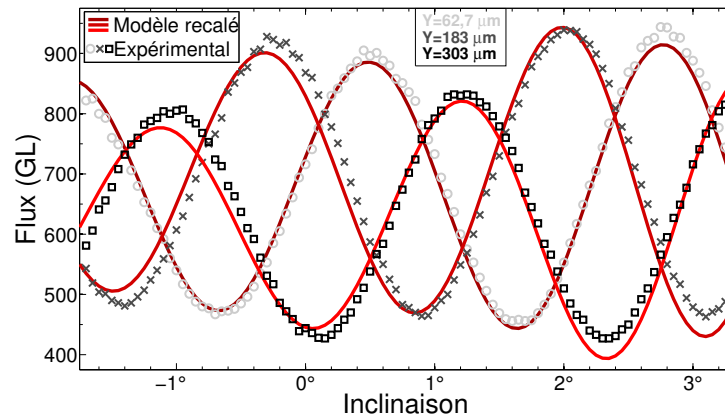
(a) Interférogrammes pour $Y = 183 \mu m$ et $\delta\gamma$ de -5° à 5° .(b) Interférogrammes pour $Y = \{62,7 ; 183 ; 303\} \mu m$ et $\delta\gamma$ de -2° à 3° .

FIGURE 2.8 – Interférogrammes d'un échantillon.

Paramètres nominaux et mesurés		
	Paramètre	Valeur nominale
DEL	λ	627 nm
Objectif	f_o	20 mm
	NA	0,45
Prisme	c_{TE}	$0,139 \text{ m}^{-1}$
	e	3 mm
Sensibilité à la rotation	$K = \frac{4\pi}{\lambda} c_{TE} e f_o$	167 rad.rad^{-1}

TABLE 2.1 – Paramètres nominaux et mesurés.

Paramètres globaux recalés			
NA	m	K	γ_d
0,439	$2,78 \cdot 10^{-4}$	147 rad.rad^{-1}	$-6,45 \cdot 10^{-2} \text{ rad}$
γ_{c_a}	γ_{c_b}	Ψ_a	Ψ_b
$2,30 \cdot 10^{-4} \text{ rad.}\mu\text{m}^{-1}$	0,117 rad	$-1,87 \cdot 10^{-2} \text{ rad.}\mu\text{m}^{-1}$	4,82 rad
\mathcal{R}_3^2			
$2,31 \cdot 10^{-3}$			

TABLE 2.2 – Paramètres globaux recalés.

Paramètres locaux recalés						
Interférogramme	X	Y	I_0	A	Ψ	γ_c
(a)	42,5 μm	62,7 μm	672 GL	234 GL	3,65 rad	0,132 rad
(b)	42,5 μm	183 μm	695 GL	251 GL	1,40 rad	0,160 rad
(c)	42,5 μm	303 μm	620 GL	224 GL	-0,853 rad	0,187 rad

TABLE 2.3 – Paramètres locaux recalés.

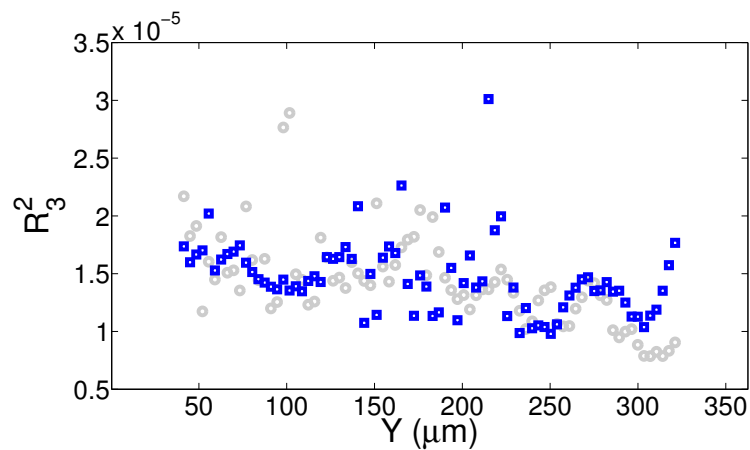


FIGURE 2.9 – Répartition du résidu \mathcal{R}_3^2 sur les 2 lignes où le recalage est effectué. Cercles : ligne supérieure. Carrés : ligne inférieure.

2.3.2/ CALIBRATION DE LA MODULATION DE PHASE

La sensibilité par rapport à Δ ($s_{\Delta} = \frac{\partial \phi}{\partial \Delta}$) est nécessaire dans la partie suivante 2.3.4.1 pour faire de la modulation de phase et doit donc être estimée. Pour ce faire, il faut modifier Δ d'une valeur connue $\delta\Delta$ (ici : $\delta\Delta = 0,5 \text{ mm}$) et reproduire la procédure de calibration décrite précédemment. Pour cette deuxième calibration, les paramètres globaux sont fixés aux valeurs recalées précédemment obtenues \tilde{p} (voir Tab. 2.2), à l'exception du paramètre Ψ_b qui est modifié en Ψ'_b par le changement de valeur de Δ .

$$\Psi'_b = \phi_{\Delta+\delta\Delta} + \phi_r = \Psi_b + \phi_{\delta\Delta} = \Psi_b + s_{\Delta}\delta\Delta \quad (2.52)$$

Ψ_b est la partie homogène de la contribution à la phase indépendante de γ_{TE} . La procédure de calibration est la même que dans la partie précédente, mais la dernière minimisation est effectuée par rapport à Ψ'_b uniquement, au lieu de l'être par rapport au jeu de paramètres p complet. Le nouveau résidu \mathcal{R}_3^2 obtenu pour cette minimisation vaut $2,43.10^{-3}$. Cette valeur est proche de la précédente, d'où une qualité de recalage équivalente. Connaissant Ψ_b , Ψ'_b et $\delta\Delta$, il est maintenant possible de retrouver s_{Δ} . Pour le dispositif réel (les valeurs des paramètres nominaux sont donnés dans le tableau 2.1), les valeurs suivantes sont obtenues :

$$s_{\Delta_{th}} = -\frac{4\pi}{\lambda} c_{TE} e \approx -8,36 \text{ rad.mm}^{-1} \quad (2.53)$$

$$s_{\Delta_{exp}} = \frac{\Psi'_b - \Psi_b}{\delta\Delta} \approx -6,66 \text{ rad.mm}^{-1} \quad (2.54)$$

La différence entre les valeurs théorique et expérimentale est due, en grande partie, à c_{TE} et est en adéquation avec les erreurs sur d et K :

$$K_{th} = \frac{4\pi}{\lambda} c_{TE} e f_o \approx 167 \text{ rad.rad}^{-1} \quad (2.55)$$

$$K_{exp} \approx 147 \text{ rad.rad}^{-1} \quad (2.56)$$

$$\frac{K_{th}}{|s_{\Delta_{th}}|} = f_o = 20 \text{ mm} \quad (2.57)$$

$$\frac{K_{exp}}{|s_{\Delta_{exp}}|} \approx 22,1 \text{ mm} \quad (2.58)$$

La valeur de s_{Δ} peut être comparée avec celle du paramètre K . Le recalage est cohérent parce que les rapports (théorique et expérimental) entre les deux paramètres donnent la même valeur à 10% près, suggérant ainsi que l'écart obtenu sur la valeur K (10% aussi) résulte du produit $c_{TE}e$. En outre, la valeur de la séparation d (Eq. (2.37)) peut être comparée avec celle du paramètre K en considérant les rapports suivants :

$$\frac{K_{th}}{d_{th}} = \frac{4\pi}{\lambda} \approx 20,0 \text{ rad.}\mu\text{m}^{-1} \quad (2.59)$$

$$\frac{K_{exp}}{d_{exp}} \approx 18,7 \text{ rad.}\mu\text{m}^{-1} \quad (2.60)$$

Le recalage est compatible avec l'écart sur $c_{TE}e$ parce que les rapports (théorique et expérimental) entre les deux paramètres donnent la même valeur à 6,5% près.

2.3.3/ DOMAINE DE LA LONGUEUR D'ONDE SPATIALE D'APPLICATION DU MICROSCOPE

L'intérêt de notre microscope est de mesurer le champ de rotation plutôt que le champ de déplacement de la surface d'un échantillon. Cependant le système est sensible aux deux effets (voir parties 2.2.4.1 et 2.2.4.2). Ainsi, il est important de définir le domaine dans lequel la phase est dominée par sa partie due au champ de rotation. Pour l'étudier, considérons le cas d'un échantillon dont le déplacement hors-plan serait sinusoïdal et s'écrirait :

$$w(Y) = w_0 \sin\left(\frac{2\pi}{\delta} Y\right) \quad (2.61)$$

avec : w_0 l'amplitude et δ la longueur d'onde spatiale.

Le champ d'application du microscope pour un tel échantillon peut être trouvé par le calcul du rapport r_{RMS} entre les valeurs efficaces des contributions à la phase dues à la différence de marche $\phi_{\Delta Z_{RMS}}$ et au champ de rotation $\phi_{\gamma_{TE_{RMS}}}$:

$$\phi_{\gamma_{TE_{RMS}}} = \lim_{Y_0 \rightarrow +\infty} \sqrt{\frac{1}{2Y_0} \int_{Y=-Y_0}^{Y=Y_0} \left\{ s_{\gamma_{TE}} \frac{\partial w(Y)}{\partial Y} \right\}^2 dY} \quad (2.62)$$

$$\phi_{\Delta Z_{RMS}} = \lim_{Y_0 \rightarrow +\infty} \sqrt{\frac{1}{2Y_0} \int_{Y=-Y_0}^{Y=Y_0} \{ s_{\Delta Z} [w(Y) - w(Y-d)] \}^2 dY} \quad (2.63)$$

$$r_{RMS} = \frac{\phi_{\Delta Z_{RMS}}}{\phi_{\gamma_{TE_{RMS}}}} = \frac{\delta}{\pi d} \left| \sin\left(\frac{\pi d}{\delta}\right) \right| \quad (2.64)$$

avec : $2Y_0$ la longueur de l'échantillon dans la direction Y , $s_{\gamma_{TE}} = \frac{\partial \phi}{\partial \gamma_{TE}}$ et $s_{\Delta Z} = \frac{\partial \phi}{\partial \Delta Z}$ les sensibilités par rapport à γ_{TE} et ΔZ (voir Eqs. (2.33) et (2.38)) et en considérant que :

$$\frac{s_{\gamma_{TE}}}{s_{\Delta Z}} \approx \frac{-\frac{4\pi}{\lambda} c_{TE} e f_o}{-\frac{4\pi}{\lambda}} \approx d \text{ (voir Eq. (2.37)).}$$

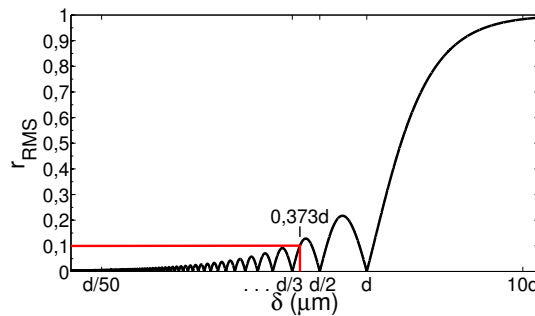


FIGURE 2.10 – Rapport efficace r_{RMS} entre les phases due au déplacement et due au champ de rotation dans la direction Y en fonction de la longueur d'onde spatiale δ .

Comme le montre la figure 2.10, lorsque la longueur d'onde δ est un sous-multiple du décalage latéral d , $r_{RMS} = 0$. Dans le cas d'un tel échantillon, la contribution à la phase due au déplacement s'annule et seule la contribution due au champ de rotation est activée, cela rend le microscope particulièrement intéressant. Pour de grandes valeurs de la longueur d'onde, le rapport r_{RMS} tend vers 1, les deux contributions à la phase sont approximativement égales. Ainsi, il sera nécessaire de les découpler pour obtenir séparément le champ de rotation et le champ de déplacement de la surface de l'échantillon. Pour de petites valeurs de la longueur d'onde, le rapport r_{RMS} tend vers 0, la phase est alors dominée par la contribution due au champ de rotation. C'est dans cette plage que le système est le plus intéressant. Se placer dans la plage suivante pour le rapport : $r_{RMS} \in [0; 0, 1]$ permet de définir une plage pour la longueur d'onde spatiale dans laquelle le champ de rotation domine la phase : $\delta \in [0; 0, 373d]$. La plage de longueur d'onde choisie dépend donc du décalage latéral d , qui peut être adapté en modifiant la focale de l'objectif f_o ou en fabricant un prisme dont l'épaisseur e et le gradient d'indice c_{TE} donnent une valeur du décalage latéral adaptée à l'échantillon.

2.3.4/ EXEMPLES EXPÉRIMENTAUX

Cette partie est consacrée aux exemples expérimentaux ayant servi à valider le fonctionnement du système. La première étape va consister à présenter la procédure pour obtenir les cartes de phase (valeur de la phase ϕ pour chaque pixel de l'image) à partir des images d'intensité. Le premier exemple de validation est celui d'une poutre encastrée-libre, de dimensions micrométriques, chargée à son extrémité libre et le long de laquelle le déplacement et la rotation sont théoriquement connus. Pour le second exemple, rappelons que l'objectif de notre dispositif est de mesurer le champ de rotation d'une surface chargée par une micropointe (rayon $\sim 10 \mu m$), comme c'est le cas avec le SMM. Ainsi, le second exemple de validation consiste à presser une pointe sur l'échantillon de PDMS précédemment décrit (voir 2.3.1) et à réaliser une carte de phase qui pourra être comparée à la phase théoriquement calculée dans pareille situation. Enfin dans le dernier exemple, une limitation du système sera exhibée à l'aide d'une expérience équivalente à la seconde mais avec un échantillon de SU-8 (voir 1.3.5) caractérisé avec le SMM.

2.3.4.1/ OBTENTION DES CARTES DE PHASE

Lors des expériences décrites ci-après, différentes images d'intensité sont acquises afin de remonter aux cartes de phase. Ces cartes contiennent la valeur de la phase ϕ expérimentale en chaque pixel et donc les informations sur la rotation de la surface. La procédure pour obtenir des cartes de phase exploite une méthode de décalage de phase (« phase-stepping ») qui utilise 4 images en intensité obtenues pour 4 valeurs différentes de Δ , d'où l'intérêt d'avoir mesuré expérimentalement la sensibilité s_Δ dans la partie précédente 2.3.2. En utilisant l'équation (2.4) pour approximer l'intensité (la plage d'inclinaison balayée étant petite les interférogrammes restent similaires à des sinusoïdes), les intensités mesurées en chaque pixel s'écrivent :

$$I_{\text{exp}}(i, j, \Delta_k) = I_0(i, j) + A(i, j) \cos[\phi(i, j) + s_\Delta \Delta_k] \quad (2.65)$$

avec : k le numéro de l'image en intensité (1 à 4), (i, j) les numéros du pixel considéré (1

à 1024).

L'équation (2.65) conduit donc à 4 équations par pixel pour seulement 3 inconnues $\{I_0(i, j), A(i, j), \phi(i, j)\}$. Ainsi la carte de phase ϕ (pour tout pixel) est obtenue en résolvant, au sens des moindres carrés, l'équation suivante :

$$\mathbf{I}_{\text{exp}}(i, j) = M\mathbf{X}(i, j) \quad (2.66)$$

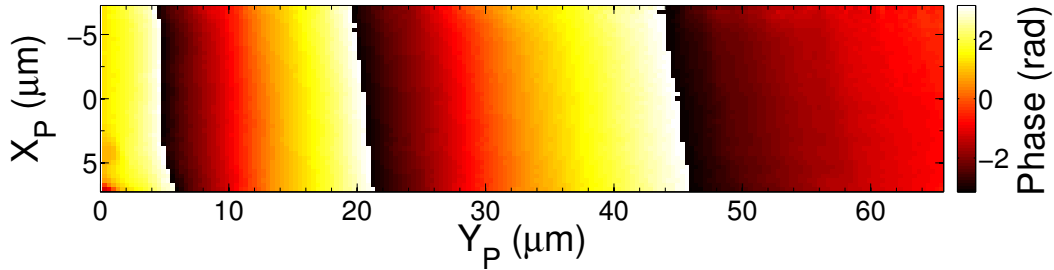
avec :

$$\mathbf{I}_{\text{exp}}(i, j) = \begin{pmatrix} I_{\text{exp}}(i, j, \Delta_1) \\ I_{\text{exp}}(i, j, \Delta_2) \\ I_{\text{exp}}(i, j, \Delta_3) \\ I_{\text{exp}}(i, j, \Delta_4) \end{pmatrix} ; \quad M = \begin{pmatrix} 1 & \cos[s_{\Delta}\Delta_1] & -\sin[s_{\Delta}\Delta_1] \\ 1 & \cos[s_{\Delta}\Delta_2] & -\sin[s_{\Delta}\Delta_2] \\ 1 & \cos[s_{\Delta}\Delta_3] & -\sin[s_{\Delta}\Delta_3] \\ 1 & \cos[s_{\Delta}\Delta_4] & -\sin[s_{\Delta}\Delta_4] \end{pmatrix} ; \quad \mathbf{X}(i, j) = \begin{pmatrix} I_0(i, j) \\ A(i, j) \cos[\phi(i, j)] \\ A(i, j) \sin[\phi(i, j)] \end{pmatrix} \quad (2.67)$$

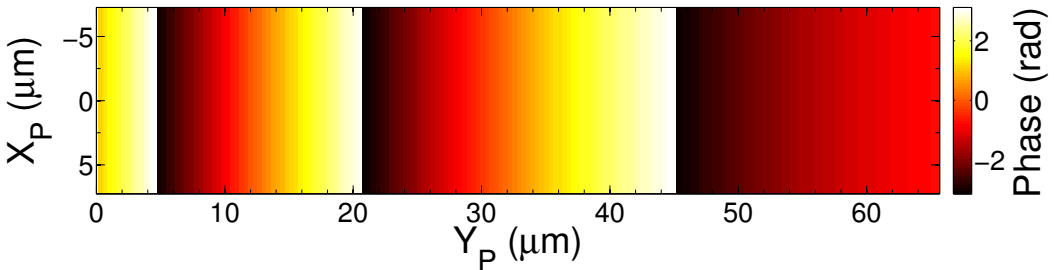
Finalement, $\phi(i, j)$ est obtenue à partir de $\mathbf{X}(i, j)$:

$$\phi(i, j) = \text{atan2}\{X_3(i, j), X_2(i, j)\} = \text{atan2}\{A(i, j) \sin[\phi(i, j)], A(i, j) \cos[\phi(i, j)]\} \quad (2.68)$$

2.3.4.2/ EXEMPLE 1 : POUTRE ENCASTRÉE-LIBRE



(a) Expérimentale.



(b) Théorique.

FIGURE 2.11 – Carte de phase obtenue en chargeant un poutre son extrémité libre.

Le premier exemple, le plus simple qu'il était possible de réaliser pour valider le fonctionnement du microscope, consiste simplement à venir appuyer à l'extrémité libre d'une poutre encastrée-libre en nitrure de silicium et de dimensions micrométriques (longueur $L_P = 80 \mu m$, largeur $l_P = 19 \mu m$ et épaisseur $h_P = 650 nm$). Le déplacement et la rotation le

long de la poutre sont bien connus, il est ainsi facile de comparer les phases expérimentales et théoriques afin de valider que le microscope mesure effectivement la rotation de la surface de la poutre. La carte de phase obtenue lors de cette expérience est présentée par la figure 2.11(a). La carte de phase est décrite dans le plan $(O_P X_P Y_P)$, avec O_P le point au centre de l'encastrement. X_P et Y_P sont orientés comme X et Y . Notons que la carte de phase expérimentale fait apparaître, particulièrement au niveau des sauts de phase (passage du noir au blanc), que la poutre est soumise à une légère torsion. Cette torsion est due au fait que le chargement appliqué à l'extrémité libre de la poutre n'est pas parfaitement centré dans la largeur.

Pour calculer la phase théorique, il faut connaître les champs de déplacement hors-plan w et de rotation (autour de Y_P) γ_{TE} le long de la poutre. Les équations de ces champs sont donnés par la théorie des poutres d'Euler-Bernoulli.

$$w(Y_P) \propto Y_P^3 \quad (2.69)$$

$$\gamma_{TE}(Y_P) = \frac{\partial w}{\partial Y_P}(Y_P) \propto Y_P^2 \quad (2.70)$$

Enfin, il faut connaître l'équation de ΔZ pour avoir la contribution due à l'objet de la phase : $\Delta Z(Y_P, d) = w(Y_P) - w(Y_P - d)$ (avec d le décalage latéral, voir 2.2.4.1). Ainsi, l'équation de la phase le long de la poutre s'écrit :

$$\begin{aligned} \phi_{\text{poutre,th}} &= \phi_{\theta_e} + \phi_{\Delta} + \phi_r + \phi_{\gamma_d} + \phi_{\gamma_{TE}} + \phi_o \\ &\approx \Psi_a Y + \Psi_b - K \gamma_d - K \gamma_{TE}(Y_P) - \frac{K}{d} \Delta Z(Y_P, d) \\ &\approx \Psi_a Y + \Psi_b - K \gamma_d - K \left[-\frac{F_P Y_P}{2E_P I_P} (2L_P - Y_P) \right] \\ &\quad - \frac{K}{d} \left[-\frac{F_P Y_P^2}{6E_P I_P} (3L_P - Y_P) + \frac{F_P (Y_P - d)^2}{6E_P I_P} (3L_P - Y_P + d) \right] \end{aligned} \quad (2.71)$$

avec : F_P le chargement à l'extrémité de la poutre , E_P le module de Young de la poutre et I_P son moment quadratique. Ψ_a , Ψ_b , K , γ_d et d sont issus d'une même procédure que celle décrite dans la partie 2.3.1.

Il est à remarquer que notre microscope peut être particulièrement bien adapté pour une telle situation. Pour une poutre de longueur L_P , le maximum du déplacement hors-plan est de l'ordre de L_P^3 alors que celui de la rotation est de l'ordre de L_P^2 . Ainsi, pour des poutres de longueurs décroissantes le déplacement hors-plan décroît plus vite que la rotation. A l'échelle microscopique et dans la limite imposée par la résolution latérale, il devient alors intéressant de mesurer la rotation plutôt que le déplacement hors-plan. Il en va de même pour des poutres avec une courbure constante [58].

Une étape de recalage de la phase théorique est nécessaire afin de déterminer des valeurs admissibles pour l'effort F_P (en fait $\frac{F_P}{E_P I_P}$) et la longueur L_P (le point d'application de l'effort n'étant pas vraiment à l'extrémité de la poutre). Il est alors possible d'écrire un résidu, à partir des phases théorique et expérimentale en chaque pixel, pour la procédure de recalage :

$$\mathcal{R}_4^2\left(\frac{F_P}{E_P I_P}, L_P\right) = \frac{\sum_{i,j} \left\{ \phi_{\text{poutre}_{\text{exp}}}(i, j) - \text{atan2} \left[\cos \left(\phi_{\text{poutre}_{\text{th}}}\left(i, j, \frac{F_P}{E_P I_P}, L_P\right) \right), \sin \left(\phi_{\text{poutre}_{\text{th}}}\left(i, j, \frac{F_P}{E_P I_P}, L_P\right) \right) \right] \right\}^2}{\sum_{i,j} \left\{ \phi_{\text{poutre}_{\text{exp}}}(i, j) \right\}^2} \quad (2.72)$$

Les fonctions atan2, sin et cos sont présentes pour replier la phase théorique, ce qui est plus facile que de déplier la phase expérimentale.

Les paramètres optimaux sont obtenus en minimisant \mathcal{R}_4^2 à l'aide de la fonction « fmin-search » de MATLAB® qui utilise la méthode du simplexe. Le résidu final s'écrit :

$$\mathcal{R}_5^2 = \min_{\frac{\tilde{F}_P}{E_P I_P}, \tilde{L}_P} \mathcal{R}_4^2\left(\frac{F_P}{E_P I_P}, L_P\right) = \mathcal{R}_4^2\left(\frac{\tilde{F}_P}{E_P I_P}, \tilde{L}_P\right) \quad (2.73)$$

Le jeu des paramètres recalés $\left\{ \frac{\tilde{F}_P}{E_P I_P} = 2,33 \cdot 10^7 \text{ m}^{-2}, \tilde{L}_P = 71,9 \mu\text{m} \right\}$ est finalement obtenu avec un résidu \mathcal{R}_5^2 qui vaut 0,353. Considérant un module de Young de la poutre E_P de 285 GPa [59] et un moment quadratique I_P de $4,35 \cdot 10^{-25} \text{ m}^{-4}$, l'effort identifié vaut alors $\tilde{F}_P = 2,89 \mu\text{N}$ ce qui est une valeur tout à fait admissible. La longueur \tilde{L}_P identifiée est plausible car le point d'application du chargement expérimental est dans les derniers 10 μm de la poutre, ceci montre qu'une éventuelle précourbure est négligeable devant la déformation engendrée par le chargement. En toute rigueur, la précourbure de la poutre doit être mesurée par une procédure similaire avant chargement. La figure 2.12 montre la différence entre les phases expérimentale $\phi_{\text{poutre}_{\text{exp}}}$ et théorique $\phi_{\text{poutre}_{\text{th}}}$, il apparait que la source principale du résidu se situe au niveau des sauts de phase et est en partie due à l'effet de la torsion.

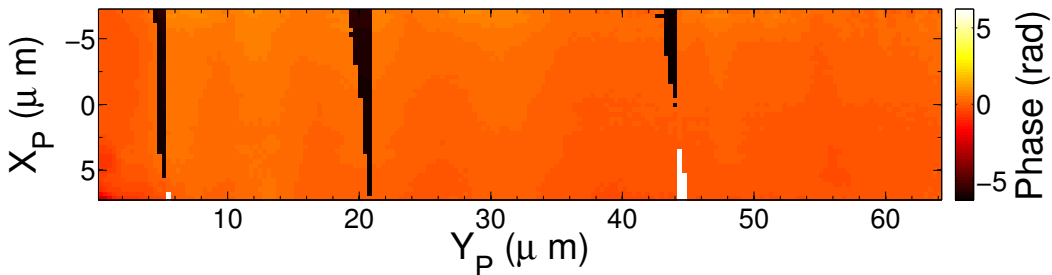


FIGURE 2.12 – Différence entre les phases expérimentale $\phi_{\text{poutre}_{\text{exp}}}$ et théorique $\phi_{\text{poutre}_{\text{th}}}$.

Grâce aux paramètres optimaux, il est alors possible de tracer la carte de phase théorique, mais aussi les champs de rotation suivant Y $\gamma_{TE}(Y_P)$, de déplacement $w(Y_P)$, ainsi que la différence de marche $\Delta Z(Y_P, d)$ le long de la poutre, à partir de leurs formules

théoriques. La carte de phase théorique est présentée par la figure 2.11(b) et les phases expérimentale (moyennée sur la largeur de la poutre) et théorique dépliées suivant Y_P sont comparées dans la figure 2.13. La comparaison des cartes de phase et de la phase suivant Y_P valide le bon fonctionnement de notre dispositif.

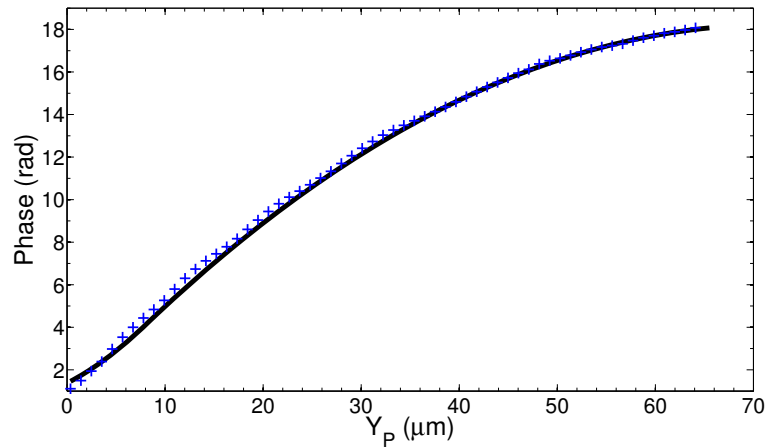
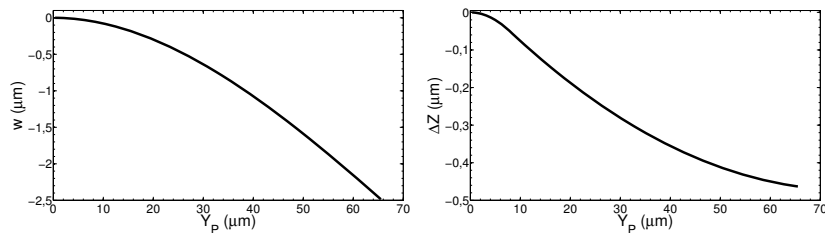


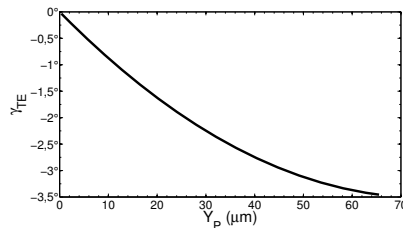
FIGURE 2.13 – Phase (dépliée) suivant l'axe Y_P pour la poutre. Croix : phase expérimentale. Ligne : phase théorique.

L'ensemble des figures 2.14 présente le déplacement $w(Y_P)$, la marche $\Delta Z(Y_P, d)$ et la rotation, autour de Y_P , $\gamma_{TE}(Y_P)$ de la poutre expérimentale.



(a) Déplacement w mesuré, en fonction de Y_P .

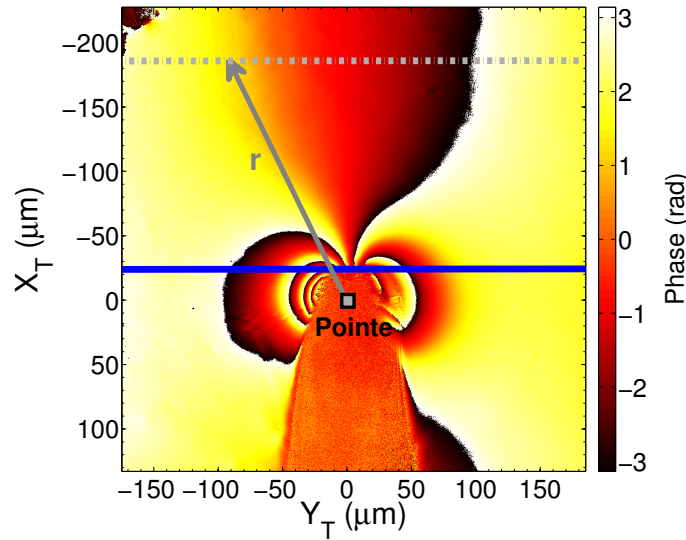
(b) Différence de marche ΔZ mesurée, en fonction de Y_P .



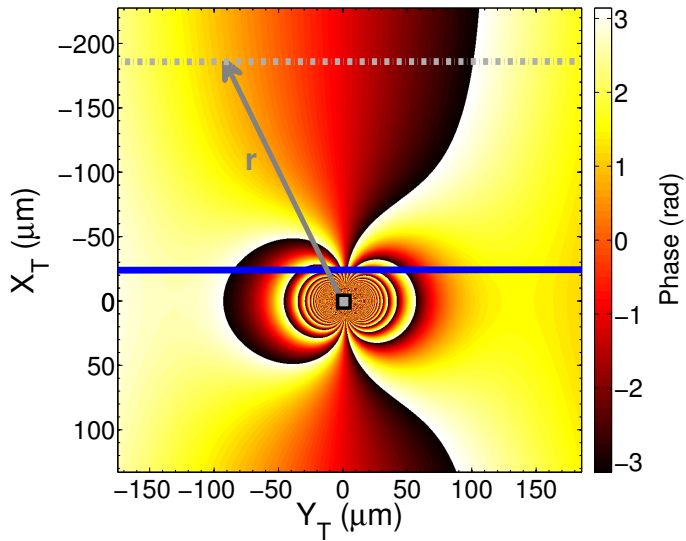
(c) Rotation, autour de Y_P , γ_{TE} mesurée, en fonction de Y_P .

FIGURE 2.14 – Déplacement et rotation mesurés d'une poutre encastree-libre chargée à son extrémité libre.

2.3.4.3/ EXEMPLE 2 : POINTE SUR PDMS



(a) Expérimentale.



(b) Théorique.

FIGURE 2.15 – Carte de phase obtenue en chargeant un échantillon de PDMS avec une micro-pointe.

Le second exemple de validation correspond à la situation du SMM. Une pointe en tungstène (rayon = $30 \mu\text{m}$) appuie sur l'échantillon de PDMS déjà utilisé pour la calibration (voir 2.3.1). La carte de phase obtenue correspond à la figure 2.15(a). Le bruit est mesuré en faisant deux cartes de phase identiques puis en faisant la moyenne de leur différence. Le bruit de la phase ϕ_{bruit} est estimé à partir des images d'intensité, à $8,9 \cdot 10^{-3} \text{ rad}$ sans accumulation, avec une caméra 12 bits et loin de sa saturation (l'échantillon étant opaque) avec un temps d'intégration de 50 ms. La carte de phase est décrite dans le plan $(O_T X_T Y_T)$, avec O_T le point de chargement de la pointe. X_T et Y_T sont orientés comme

X et Y . Regardons la phase suivant l'axe Y_T dans deux parties différentes de la carte de phase. La première correspond à la zone loin de la pointe (ligne pointillée sur la figure 2.15(a)) là où l'échantillon n'est pas déformé par la pointe. La phase est linéaire par rapport à Y_T (cercles sur la figure 2.17), en raison de sa dépendance à l'angle d'incidence (θ_e). Cela correspond au paramètre théorique Ψ présenté dans le partie sur la calibration 2.3.1. L'équation de la phase s'écrit :

$$\phi_{\text{loin de la pointe}} = \phi_{\theta_e} + \phi_{\Delta} + \phi_r + \phi_{\gamma_d} = \Psi_a Y + \Psi_b - K\gamma_d = \Psi - K\gamma_d \quad (2.74)$$

La phase théorique loin de la pointe, sur les figures 2.15(b) et 2.17, peut être tracée suivant l'axe Y_T à partir des valeurs de Ψ , K et γ_d provenant de la calibration (voir partie 2.3.1). Le bon accord entre théorie et expérimentation valide la modélisation proposée pour la partie linéaire de la phase. Les croix sur la figure 2.17 correspondent à la zone proche de la pointe (ligne continue sur la figure 2.15(a)) là où l'échantillon est déformé par la pointe. Dans cette zone la contribution à la phase $\phi_{\gamma_{TE}}$ est activée. La présence d'un écart sur la phase près de la pointe par rapport à la phase loin de la pointe révèle la présence d'un champ de rotation suivant Y . Ainsi, cette carte de phase montre que le système permet de mesurer le champ de rotation d'un phénomène localisé (ici, quelques dizaines de micromètres).

Pour l'aspect théorique, supposons que notre situation correspond au problème de Bousinesq [47] : une charge ponctuelle sur un massif semi-infini. Dans ce cas, le déplacement $w(X_T, Y_T)$ est de l'ordre de $1/r(X_T, Y_T)$ (avec $r(X_T, Y_T) = \sqrt{X_T^2 + Y_T^2}$: la distance dans le plan entre le point de chargement et le point d'intérêt, voir la figure 2.15(a)). Il est donc très confiné à cette échelle. La rotation $\theta(X_T, Y_T)$ est de l'ordre de $1/r(X_T, Y_T)^2$ soit $w(X_T, Y_T)/r(X_T, Y_T)$. Ainsi les valeurs expérimentales peuvent-être plus accessibles que celles du déplacement pour des $r(X_T, Y_T)$ petits. La forme de ces champs justifie donc l'intérêt de mesurer la rotation plutôt que le déplacement. Le champ de rotation mesuré $\gamma_{TE}(X_T, Y_T)$, correspondant uniquement à la rotation autour de Y_T est de l'ordre de $Y_T/r(X_T, Y_T)^3$ et la contribution due à l'objet $\Delta Z(X_T, Y_T) = w(X_T, Y_T) - w(X_T, Y_T - d)$ est de l'ordre de $-1/r(X_T, Y_T) + 1/r(X_T, Y_T - d)$. Finalement, l'équation de phase peut s'écrire :

$$\begin{aligned} \phi_{\text{pointe}} &= \phi_{\theta_e} + \phi_{\Delta} + \phi_r + \phi_{\gamma_d} + \phi_{\gamma_{TE}} + \phi_o \\ &\approx \Psi_a Y + \Psi_b - K\gamma_d - K\gamma_{TE}(X_T, Y_T) - \frac{K}{d}\Delta Z(X_T, Y_T, d) \\ &\approx \Psi_a Y + \Psi_b - K\gamma_d - K \left[\frac{F_T Y_T}{\pi E_T^* r_T(X_T, Y_T)^3} \right] \\ &\quad - \frac{K}{d} \left[-\frac{F_T}{\pi E_T^* r_T(X_T, Y_T)} + \frac{F_T}{\pi E_T^* r_T(X_T, Y_T - d)} \right] \end{aligned} \quad (2.75)$$

avec : X_T fixé sur la ligne, Y_T variable le long de la ligne, F_T le chargement sur l'échantillon et $E_T^* = E_T/(1 - \nu_T^2) = 13 \text{ MPa}$ le module de Young réduit de l'échantillon (déterminé en nanoindentation).

Comme pour le cas de la poutre, une étape de recalage de la phase théorique est nécessaire pour trouver la valeur de l'effort F_T (en fait $\frac{F_T}{E_T^*}$) et la position du point d'appui de la pointe O_T dans le repère (OXY) : O_{T_X} et O_{T_Y} . Un résidu est alors écrit à partir des phases théorique et expérimentale en chaque pixel :

$$\mathcal{R}_6^2\left(\frac{F_T}{E_T^*}, O_{T_X}, O_{T_Y}\right) = \sum_{i,j} \left\{ \phi_{\text{pointe_exp}}(i, j) - \text{atan2} \left[\sin \left(\phi_{\text{pointe_th}} \left(i, j, \frac{F_T}{E_T^*}, O_{T_X}, O_{T_Y} \right) \right), \cos \left(\phi_{\text{pointe_th}} \left(i, j, \frac{F_T}{E_T^*}, O_{T_X}, O_{T_Y} \right) \right) \right] \right\}^2 / \sum_{i,j} \left\{ \phi_{\text{pointe_exp}}(i, j) \right\}^2 \quad (2.76)$$

La présence des fonctions atan2, sin et cos sert à replier la phase théorique, ce qui est plus aisé que de déplier la phase expérimentale à cause de défauts sur l'échantillon et de la présence de la pointe sur la carte de phase.

En minimisant \mathcal{R}_6^2 , il est possible d'obtenir les paramètres optimaux à l'aide de la fonction « fminsearch » de MATLAB® qui utilise la méthode du simplexe. Le résidu final s'écrit :

$$\mathcal{R}_7^2 = \min_{\frac{F_T}{E_T^*}, O_{T_X}, O_{T_Y}} \mathcal{R}_6^2\left(\frac{F_T}{E_T^*}, O_{T_X}, O_{T_Y}\right) = \mathcal{R}_6^2\left(\frac{\tilde{F}_T}{E_T^*}, \tilde{O}_{T_X}, \tilde{O}_{T_Y}\right) \quad (2.77)$$

$\left\{ \frac{\tilde{F}_T}{E_T^*} = 232 \mu m^2, \tilde{O}_{T_X} = 228 \mu m, \tilde{O}_{T_Y} = 175 \mu m \right\}$ est le jeu de paramètres finalement obtenu avec un résidu \mathcal{R}_7^2 valant 0,498 et avec $E_T^* = 13 \text{ MPa}$, $\tilde{F}_T = 3 \text{ mN}$. La différence entre les phases expérimentale $\phi_{\text{pointe_exp}}$ et théorique $\phi_{\text{pointe_th}}$ est représentée sur la figure 2.16. Comme dans le cas de la poutre il semble que le résidu soit principalement dû aux sauts de phase.

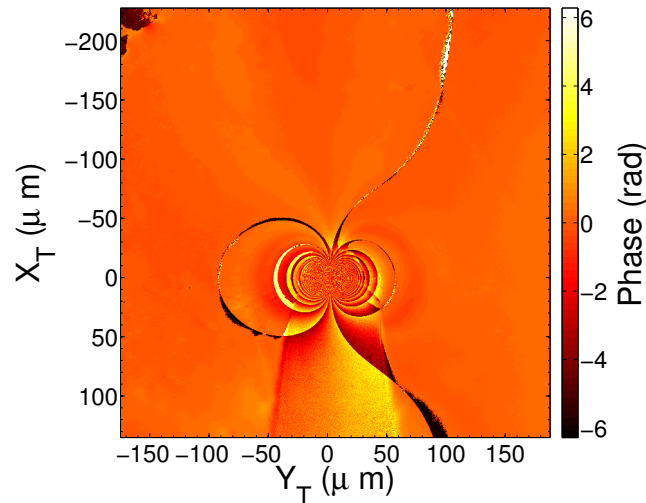


FIGURE 2.16 – Différence entre les phases expérimentale $\phi_{\text{pointe_exp}}$ et théorique $\phi_{\text{pointe_th}}$.

Avec ce jeu, la carte de phase théorique, les champs de rotation suivant $\gamma_{TE}(X_T, Y_T)$ et de déplacement $w(X_T, Y_T)$, et la différence de marche $\Delta Z(X_T, Y_T, d)$ de l'échantillon peuvent être tracés à partir de leurs formules théoriques.

La solution de Boussinesq (ligne continue sur la figure 2.17 et carte de phase théorique 2.15(b)) est une approximation car elle ne permet pas de décrire les champs de déplacement et de rotation sous la pointe (avec cette solution, ils sont infinis !). Elle s'accorde pourtant très bien avec la phase mesurée, montrant ainsi qu'elle est liée au champ de rotation défini par la solution de Boussinesq. Ceci démontre la capacité du dispositif à mesurer un phénomène localisé.

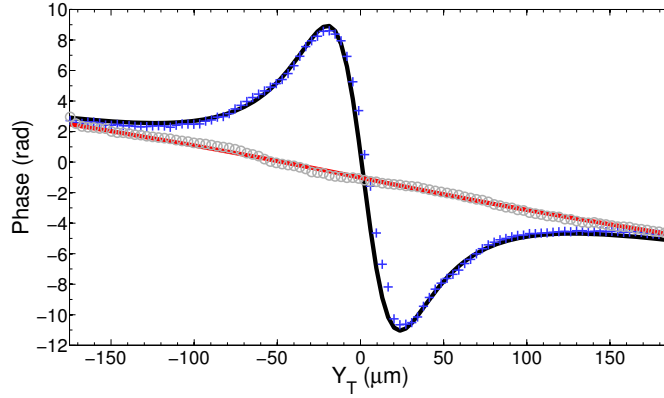


FIGURE 2.17 – Phase suivant l'axe Y_T pour l'échantillon de PDMS. Cercles : phase expérimentale loin de la pointe. Croix : phase expérimentale près de la pointe. Lignes : phases théoriques loin et près de la pointe.

L'ensemble des figures 2.18 présente le déplacement $w(X_T \text{ fixé}, Y_T)$, la marche $\Delta Z(X_T \text{ fixé}, Y_T, d)$ et la rotation autour de Y_T , $\gamma_{TE}(X_T \text{ fixé}, Y_T)$ de la surface de l'échantillon de PDMS chargé par une pointe.

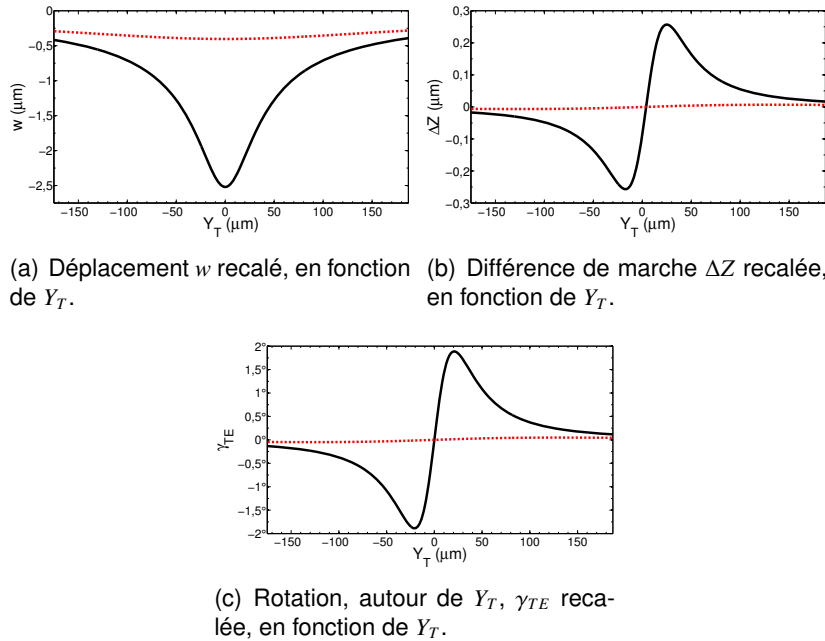


FIGURE 2.18 – Déplacement et rotation mesurés d'un échantillon de PDMS chargé par une pointe. Traits continus : loin de la pointe. Traits pointillés : près de la pointe.

2.3.4.4/ EXEMPLE 3 : POINTE SUR SU-8

Le troisième exemple est le même que le deuxième, seul l'échantillon change. Cette fois il s'agit du même échantillon de SU-8 (résine photosensible) que celui qui a été précédemment caractérisé avec le SMM (voir 1.3.5) avec un module biaxé de l'ordre de $6,7 \text{ GPa}$. Il est présenté ici car il exhibe une limitation du microscope. La carte de phase obtenue est décrite dans le plan $(O_T X_T Y_T)$, avec O_T le point de chargement de la pointe. X_T et Y_T sont orientés comme X et Y . Comme dans l'exemple précédent, regardons la phase suivant l'axe Y_T dans deux parties différentes de la carte de phase. Dans la zone éloignée de la pointe (ligne pointillée sur la figure 2.19) où l'échantillon n'est pas déformé la phase est linéaire par rapport à Y_T (cercles sur la figure 2.20). Comme attendu, elle correspond au paramètre théorique Ψ calibré pour cet échantillon. A contrario, dans la zone proche de la pointe (ligne continue sur la figure 2.19) les résultats sont en contradiction. Les phases expérimentale et théorique (voir Fig. 2.20) ne correspondent pas. Les « lobes » dus aux contributions de l'objet $\Delta Z(X_T \text{ fixé}, Y_T, d)$ et du champ de rotation $\gamma_{TE}(X_T \text{ fixé}, Y_T)$ dans la phase théorique ne sont pas dans le même « sens » que ceux de la phase expérimentale.

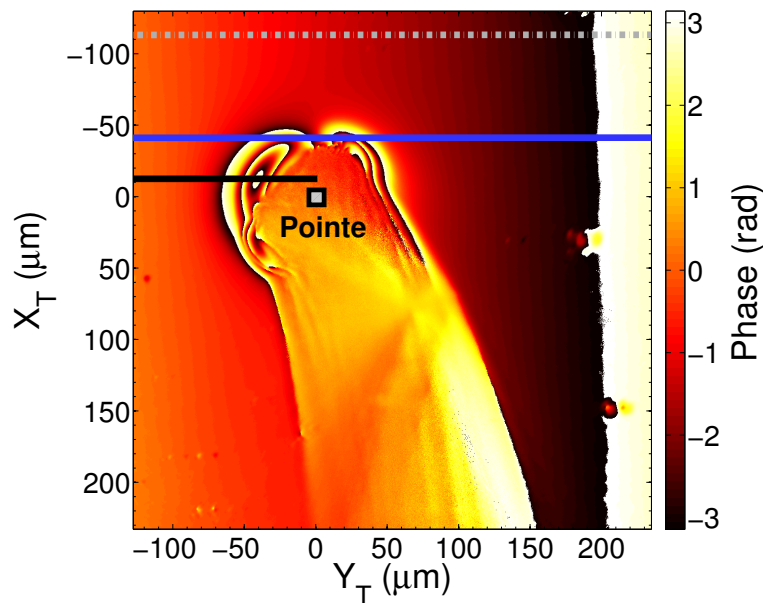


FIGURE 2.19 – Carte de phase obtenue en appuyant une micro-pointe sur un échantillon de SU-8.

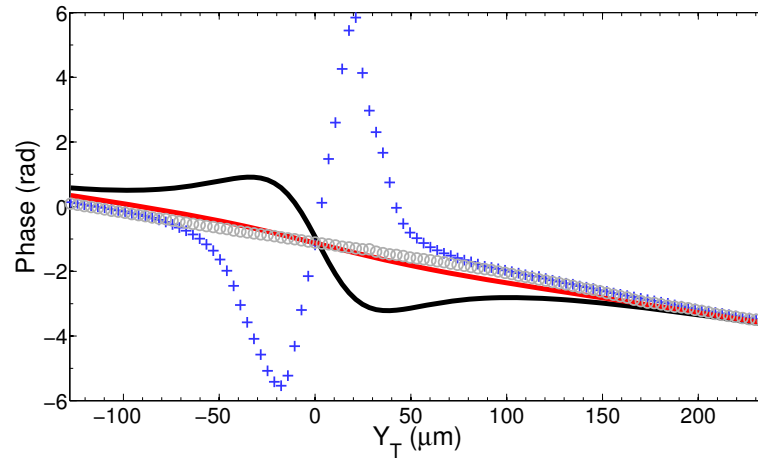


FIGURE 2.20 – Phase suivant l'axe Y_T pour l'échantillon de SU-8. Cercles : phase expérimentale loin de la pointe. Croix : phase expérimentale près de la pointe. Lignes : phases théoriques loin et près de la pointe.

Ce problème manque d'explications plausibles, il existe néanmoins quelques pistes. L'échantillon étant transparent et de faible épaisseur ($20 \mu m$), une partie de la lumière passe à travers et se réfléchit sur le wafer en Si. Une autre piste est que la pointe en appui engendre des contraintes dans l'échantillon ce qui le rend biréfringent (même phénomène que celui utilisé pour la fabrication du prisme, mais cette fois complètement incontrôlé). Ainsi, l'état de biréfringence de l'échantillon crée un déphasage supplémentaire non pris en compte dans notre modèle. L'échantillon de SU-8 étant plus rigide ($E \approx 6 GPa$) que le précédent, il faut théoriquement appliquer un effort beaucoup plus important pour obtenir un effet d'amplitude équivalente. Plus l'effort est grand, plus le déphasage dû à l'état de biréfringence du SU-8 augmente, jusqu'à devenir grand devant la contribution à la phase due à ΔZ et γ_{TE} . Malheureusement, avec un effort plus faible, la déformation de l'échantillon n'est pas suffisante pour être mesurée avec le système. Il conviendrait donc d'éviter de faire des mesures sur un échantillon de polymère en couche mince transparent ou du moins être critique par rapport aux résultats obtenus. Une autre piste est que la pointe en appui entraîne le délaminage de la couche d'or ($7 nm$) déposée sur le SU-8 pour assurer la réflexion lumineuse, modifiant ainsi la phase mesurée. La figure 2.21 correspond à la phase suivant Y_T (segment continu sur la figure 2.19) proche du point d'appui de la pointe. A proximité de la pointe la phase diminue puis augmente au lieu de seulement augmenter. Cela signifie qu'à cet endroit l'échantillon monte puis descend comme s'il était plissé. L'explication est sans doute que la couche d'or est délaminée à proximité de la pointe.

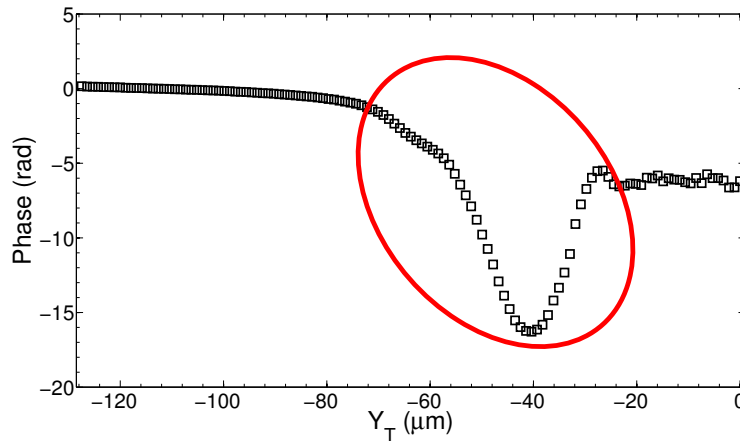


FIGURE 2.21 – Phase suivant l'axe Y_T pour l'échantillon de SU-8. Mise en évidence du délaminage de la couche d'or.

2.4/ CONCLUSION

Le système d'imagerie interférométrique en lumière polarisée permet grâce à l'utilisation d'un prisme biréfringent, dont la procédure de fabrication a été présentée, de mesurer le champ de rotation de surfaces réfléchissantes suivant une direction particulière du prisme. Il a été montré théoriquement que le dispositif est adapté pour mesurer des phénomènes très localisés. Cette méthode est particulièrement utile dans les situations où l'effet d'échelle rend plus aisé de mesurer le champ de rotation plutôt que le champ de déplacement hors-plan. En conséquence, le système s'avère très efficace pour observer la déformation des échantillons en microscopie à sonde locale. Il a aussi été proposée une modélisation détaillée, y compris l'effet dû à l'ouverture numérique, ainsi qu'une procédure de calibration qui permet de recalibrer les paramètres de modélisation requis pour une utilisation quantitative du microscope via les cartes de phase obtenues. Les exemples ont démontré la capacité du système à mesurer des phénomènes mécaniques très localisés comme dans le cas du SMM. Ainsi, le dispositif pourra être, à l'avenir, ajouté aux systèmes de mesure déjà présents dans le SMM et faire gagner en robustesse la procédure de caractérisation mécanique élastique. Le microscope permettra de mesurer la déformation autour de la pointe du SMM, ainsi il sera possible d'évaluer plus finement les valeurs du paramètre p_9 (voir partie 1.3.2.2 et Eq. (1.59)) correspondant à la masse d'échantillon entraînée par la pointe, du paramètre Z contenant le coefficient de Poisson ν_S de l'échantillon (voir Eq. (1.60)) et du paramètre p_3 directement lié à la pointe. De plus, le champ de rotation autour de la pointe dépendant du module d'élasticité du matériau testé, cet apport d'informations rajoute une équation contenant la rigidité du matériau à la procédure de caractérisation du SMM. Enfin, ce microscope va permettre au SMM de s'ouvrir à la caractérisation de matériaux anisotropes car le champ de rotation de la surface d'un tel matériau au voisinage de la pointe est dissymétrique par rapport à la zone de chargement. Les informations sur le champ de rotation vont aider à connaître l'orientation cristallographique du matériau dans la zone testée et ainsi pouvoir remonter à ses propriétés élastiques.

CONCLUSION

Ces travaux de thèse ont proposé une amélioration du Scanning Microdeformation Microscope (SMM) pour la caractérisation mécanique élastique des matériaux à l'échelle locale. Le SMM avait déjà montré sa capacité à évaluer le module d'élasticité réduit à l'aide d'une fréquence de résonance de son capteur vibrant et d'un modèle analytique simple. Ces travaux avaient pour objectif d'arriver à une méthode robuste permettant la mesure découplée des propriétés élastiques (module de Young E_S et coefficient de Poisson ν_S) des matériaux isotropes à partir de $n > 2$ fréquences de résonance du capteur vibrant. Ainsi a été développé le SMM multimode, par opposition à son prédécesseur le SMM monomode, qui a nécessité l'enrichissement du modèle décrivant le résonateur, nécessaire pour décrire ses vibrations sur plusieurs modes. L'identification des paramètres du modèle enrichi a nécessité la mise en place de procédures exploitant les fréquences de résonance « à vide » du capteur vibrant. De même, une famille de procédures a été proposée pour l'identification des constantes élastiques des matériaux à partir des fréquences de résonance « en contact » du capteur vibrant. En outre, la nécessité d'un apport d'informations pour gagner en robustesse et se diriger vers la mesure de l'élasticité de matériaux anisotropes, qui est une perspective de développement du SMM, a été mise en avant. Cet apport d'informations va venir d'un système d'imagerie interférométrique en lumière polarisée permettant de mesurer le champ de rotation d'une surface dans une direction particulière. Ainsi, ce système d'imagerie a été développé lors de ces travaux de thèse afin de pouvoir mesurer le champ de rotation de la surface de l'échantillon chargé par la pointe du SMM.

Dans le premier chapitre de ce mémoire, le SMM monomode a été décrit au complet, avec un modèle analytique et la procédure d'identification pour obtenir une mesure quantitative du module d'élasticité réduit à l'échelle locale à partir d'une seule fréquence de résonance du capteur vibrant. Dans la seconde partie de ce chapitre, le SMM multimode, évolution du SMM monomode permettant la mesure découplée des constantes élastiques des matériaux, a été présenté. Il a nécessité des enrichissements du modèle du capteur vibrant du SMM monomode pour prendre en compte de nouveaux degrés de liberté dus aux nouveaux modes utilisés par le SMM multimode. Ces enrichissements ont d'abord été justifiés puis le modèle enrichi complet a été développé en conséquence. Par la suite, une procédure d'identification des paramètres de modélisation à partir de $n > 2$ fréquences de résonance « à vide », a été exposée et appliquée au cas du résonateur utilisé. Enfin, une procédure d'identification des constantes élastiques découplées à partir de $n > 2$ fréquences de résonance « en contact » a été présentée. Cette dernière procédure a été appliquée à la caractérisation élastique du SU-8, une résine époxy photosensible déposée en couche mince de $20\ \mu m$ sur un substrat en silicium. Cet exemple avait pour but la validation de la méthode, l'échantillon de SU-8 ayant été précédemment caractérisé avec le SMM monomode, avec les prémices du SMM multimode (avec 2 modes) et en nanoindentation. Les résultats obtenus lors de ces travaux de thèse ont pu être comparés afin de s'assurer de leur validité. L'exemple du SU-8 a ainsi pu montrer

l'efficacité de l'approche multimodale, qui a permis de découpler le module de Young et le coefficient de Poisson du matériau. La procédure a aussi été appliquée à l'exemple du tBA/PEGDMA, un polymère à mémoire de forme, un matériau au comportement « complexe » et ce afin de montrer les possibilités du SMM multimode mais aussi ses limites. Ce chapitre et ces exemples de caractérisation mécanique élastique ont montré la difficulté que représente le choix d'un modèle adapté pour décrire le comportement des matériaux caractérisés pour la procédure d'identification du SMM multimode. Mais cette difficulté est aussi une force de cette technique puisque la procédure peut être adaptée au comportement du matériau testé. Les perspectives ont mis en avant les possibilités d'évolution du SMM multimode que sont la mesure de la viscosité des matériaux et surtout la caractérisation mécanique élastique des matériaux anisotropes, qui est la prochaine direction de développement du SMM. Cette perspective de caractérisation des matériaux anisotropes et la recherche d'une procédure toujours plus robuste nécessitent un apport d'informations venues d'un système de mesure à intégrer au SMM.

Le second chapitre de ce mémoire était, de fait, consacré au développement d'un système d'imagerie interférométrique en lumière polarisée permettant la mesure du champ de rotation de surfaces réfléchissantes. C'est ce système qui une fois inclus dans le SMM permettra l'apport d'informations susmentionné en permettant la mesure du champ de rotation, dans une direction particulière, de la surface de l'échantillon chargé par la pointe du SMM, au voisinage de cette dernière. La sensibilité du système à la rotation provient de l'utilisation d'un prisme biréfringent à gradient uniaxial d'indice, dont la procédure de fabrication a été décrite. Le système a été modélisé, y compris l'effet de l'ouverture numérique de l'objectif, et une procédure de calibration a été mise en place afin de pouvoir l'utiliser de manière quantitative. Ainsi, il a montré sa capacité à mesurer un champ de rotation très localisé comme c'est le cas en microscopie à sonde locale et plus particulièrement pour le SMM. Outre son usage pour le SMM, ce système a montré son utilité dans les situations où l'effet d'échelle rend plus facile la mesure du champ de rotation plutôt que celle du champ de déplacement hors-plan. Ce dispositif pourra être intégré au SMM et permettre à sa procédure de caractérisation des matériaux isotropes de gagner en robustesse, car le champ de rotation autour de la pointe en contact dépend du module réduit d'élasticité du matériau, apportant ainsi une équation supplémentaire, contenant l'élasticité du matériau, à la procédure de caractérisation du SMM. La mesure du champ de rotation est aussi utile pour l'identification des paramètres du modèle Z , p_3 et p_9 . Il est possible de mesurer le paramètre p_9 qui dépend de la masse d'échantillon entraînée par la pointe, à partir du champ de rotation au voisinage de la pointe. Le coefficient de Poisson de l'échantillon ν_s et donc au paramètre Z peut être mesuré grâce au même champ de rotation. Ainsi, il n'est plus nécessaire d'utiliser la procédure établie pour identifier p_9 et Z , ni de négliger le terme en p_9^2 de la condition de résonance $\mathcal{R}_{contact}$. De plus, connaître les paramètres Z et p_9 facilite l'identification du paramètre p_3 en donnant des informations sur les produits $p_3^2 Z$, $p_3^2 p_9$, $p_3^2 p_9 Z$ et $p_3^2 p_9^2$ contenus dans la condition de résonance $\mathcal{R}_{contact}$ (voir Eq. (A.7)). En outre, cet apport d'informations va permettre au SMM de se diriger vers la caractérisation de matériaux anisotropes car dans ce cas le champ de rotation de la surface de l'échantillon au voisinage de la pointe est dissymétrique par rapport à la zone de chargement. L'étude du champ de rotation doit permettre de déduire l'orientation cristallographique du matériau dans la zone testée et ainsi savoir comment la matière est sollicitée pour pouvoir remonter à ses propriétés élastiques.

ANNEXES

A

MISE EN FORME DE LA CONDITION DE RÉSONANCE

Cette annexe est consacrée à la mise en forme de la condition de résonance pour son exploitation dans les procédures d'identification à partir des fréquences de résonance « à vide » (voir partie 1.3.3) et « en contact » (voir partie 1.3.4).

A.1/ DÉVELOPPEMENT DE LA CONDITION DE RÉSONANCE

Dans un premier temps, il est nécessaire de développer la condition de résonance initialement exprimée sous forme d'un déterminant 4x4 (1.61).

La condition de résonance « à vide » (avec $p_9 = X = 0$) s'écrit alors :

$$\begin{aligned} \mathcal{R}_{libre}(f, p_0, p_1, p_2, p_4, p_5, p_6, p_7, p_8) = & \frac{1}{\mu^4(f, p_0) p_2^2} \left\{ \mu(f, p_0) [p_0 p_4 - p_5 \mu^4] T_{14}(f, p_0, p_1, p_2, p_8) \right. \\ & + [p_0^2 p_4 p_7 - p_0 p_4 p_6 \mu(f, p_0)^4 - p_0 p_5 p_7 \mu(f, p_0)^4 + p_5 p_6 \mu(f, p_0)^8] T_{13}(f, p_0, p_1, p_2, p_8) \\ & \left. + \mu(f, p_0)^3 [p_0 p_7 - \mu(f, p_0)^4 p_6] T_{15}(f, p_0, p_1, p_2, p_8) + \mu(f, p_0)^4 T_{16}(f, p_0, p_1, p_2, p_8) \right\} = 0 \end{aligned} \quad (\text{A.1})$$

avec :

$$\mu(f, p_0) = \sqrt[4]{4\pi^2 f^2 p_0} \quad (\text{A.2})$$

$$\begin{aligned} C^+(f, p_0, p_8) &= \cos(\mu(f, p_0) p_8) + \cosh(\mu(f, p_0) p_8) \\ C^-(f, p_0, p_8) &= \cos(\mu(f, p_0) p_8) - \cosh(\mu(f, p_0) p_8) \\ S^+(f, p_0, p_8) &= \sin(\mu(f, p_0) p_8) + \sinh(\mu(f, p_0) p_8) \\ S^-(f, p_0, p_8) &= \sin(\mu(f, p_0) p_8) - \sinh(\mu(f, p_0) p_8) \end{aligned} \quad (\text{A.3})$$

Ces dernières équations correspondent aux équations (1.28) au niveau de la pointe, en $x = L$.

$$\begin{aligned}
T_{13}(f, p_0, p_1, p_2, p_8) &= U_2(f, p_0, p_1, p_8) V_1(f, p_0, p_1, p_2, p_8) + U_1(f, p_0, p_1, p_8) V_2(f, p_0, p_1, p_2, p_8) \\
T_{14}(f, p_0, p_1, p_2, p_8) &= U_2(f, p_0, p_1, p_8) V_3(f, p_0, p_1, p_2, p_8) - U_3(f, p_0, p_1, p_8) V_2(f, p_0, p_1, p_2, p_8) \\
T_{15}(f, p_0, p_1, p_2, p_8) &= U_4(f, p_0, p_1, p_8) V_1(f, p_0, p_1, p_2, p_8) - U_1(f, p_0, p_1, p_8) V_4(f, p_0, p_1, p_2, p_8) \\
T_{16}(f, p_0, p_1, p_2, p_8) &= U_4(f, p_0, p_1, p_8) V_3(f, p_0, p_1, p_2, p_8) + U_3(f, p_0, p_1, p_8) V_4(f, p_0, p_1, p_2, p_8)
\end{aligned} \tag{A.4}$$

$$\begin{aligned}
U_1(f, p_0, p_1, p_8) &= S^-(f, p_0, p_8) + \mu(f, p_0) p_1 C^-(f, p_0, p_8) \\
U_2(f, p_0, p_1, p_8) &= C^+(f, p_0, p_8) - \mu(f, p_0) p_1 S^-(f, p_0, p_8) \\
U_3(f, p_0, p_1, p_8) &= C^-(f, p_0, p_8) - \mu(f, p_0) p_1 S^+(f, p_0, p_8) \\
U_4(f, p_0, p_1, p_8) &= S^+(f, p_0, p_8) + \mu(f, p_0) p_1 C^+(f, p_0, p_8)
\end{aligned} \tag{A.5}$$

$$\begin{aligned}
V_1(f, p_0, p_1, p_2, p_8) &= p_2^2 C^+(f, p_0, p_8) - p_1 \mu(f, p_0)^3 S^+(f, p_0, p_8) \\
V_2(f, p_0, p_1, p_2, p_8) &= p_2^2 S^+(f, p_0, p_8) + p_1 \mu(f, p_0)^3 C^-(f, p_0, p_8) \\
V_3(f, p_0, p_1, p_2, p_8) &= p_2^2 S^-(f, p_0, p_8) + p_1 \mu(f, p_0)^3 C^+(f, p_0, p_8) \\
V_4(f, p_0, p_1, p_2, p_8) &= p_2^2 C^-(f, p_0, p_8) - p_1 \mu(f, p_0)^3 S^-(f, p_0, p_8)
\end{aligned} \tag{A.6}$$

et la condition de résonance « en contact » s'écrit

$$\begin{aligned}
\mathcal{R}_{\text{contact}}(f, p_0, p_1, p_2, p_3, p_4, p_5, p_6, p_7, p_8, p_9, X, Z) &= \frac{1}{6\mu(f, p_0)^4 p_2^2} \\
&\left\{ 3p_3^2 X \left[6XZ - p_1 p_9 \mu(f, p_0)^4 (2Z + 1) \right] F_1(f, p_0, p_4, p_5, p_6, p_7, p_8) \right. \\
&+ p_3^2 \mu(f, p_0)^3 \left(p_1 p_9 \mu(f, p_0)^4 - 6XZ \right) F_2(f, p_0, p_1, p_4, p_5, p_6, p_7, p_8) \\
&+ 6\mu(f, p_0) \left(3X - p_1 p_9 \mu(f, p_0)^4 \right) F_3(f, p_0, p_1, p_2, p_4, p_5, p_6, p_7, p_8) \\
&+ 6\mu(f, p_0)^4 F_4(f, p_0, p_1, p_2, p_4, p_5, p_6, p_7, p_8) \Big\} \\
&+ \frac{p_1^2 p_9^2 p_3^2 \mu(f, p_0)^4}{6p_2^2} F_1(f, p_0, p_4, p_5, p_6, p_7, p_8) = 0
\end{aligned} \tag{A.7}$$

avec :

$$\mu(f, p_0) = \sqrt[4]{4\pi^2 f^2 p_0} \tag{A.8}$$

$$\theta(f, p_0, p_4, p_5) = \frac{p_0 p_4}{\mu(f, p_0)^3} - p_5 \mu(f, p_0) \quad ; \quad \Sigma(f, p_0, p_6, p_7) = \frac{p_0 p_7}{\mu(f, p_0)} - p_6 \mu(f, p_0)^3 \tag{A.9}$$

$$\begin{aligned}
C^+(f, p_0, p_8) &= \cos(\mu(f, p_0) p_8) + \cosh(\mu(f, p_0) p_8) \\
C^-(f, p_0, p_8) &= \cos(\mu(f, p_0) p_8) - \cosh(\mu(f, p_0) p_8) \\
S^+(f, p_0, p_8) &= \sin(\mu(f, p_0) p_8) + \sinh(\mu(f, p_0) p_8) \\
S^-(f, p_0, p_8) &= \sin(\mu(f, p_0) p_8) - \sinh(\mu(f, p_0) p_8)
\end{aligned} \tag{A.10}$$

Ces dernières équations correspondent aux équations (1.28) au niveau de la pointe, en $x = L$.

$$\begin{aligned}
F_1(f, p_0, p_4, p_5, p_6, p_7, p_8) &= \theta(f, p_0, p_4, p_5) [\Sigma(f, p_0, p_6, p_7) T_1(f, p_0, p_8) + T_2(f, p_0, p_8)] \\
&\quad + \Sigma(f, p_0, p_6, p_7) T_3(f, p_0, p_8) + T_4(f, p_0, p_8) \\
F_2(f, p_0, p_1, p_4, p_5, p_6, p_7, p_8) &= \theta(f, p_0, p_4, p_5) [\Sigma(f, p_0, p_6, p_7) T_5(f, p_0, p_1, p_8) + T_6(f, p_0, p_1, p_8)] \\
&\quad + \Sigma(f, p_0, p_6, p_7) T_7(f, p_0, p_1, p_8) + T_8(f, p_0, p_1, p_8) \\
F_3(f, p_0, p_1, p_2, p_4, p_5, p_6, p_7, p_8) &= \theta(f, p_0, p_4, p_5) [\Sigma(f, p_0, p_6, p_7) T_9(f, p_0, p_1, p_2, p_8) + T_{10}(f, p_0, p_1, p_2, p_8)] \\
&\quad + \Sigma(f, p_0, p_6, p_7) T_{11}(f, p_0, p_1, p_2, p_8) + T_{12}(f, p_0, p_1, p_2, p_8) \\
F_4(f, p_0, p_1, p_2, p_4, p_5, p_6, p_7, p_8) &= \theta(f, p_0, p_4, p_5) [\Sigma(f, p_0, p_6, p_7) T_{13}(f, p_0, p_1, p_2, p_8) + T_{14}(f, p_0, p_1, p_2, p_8)] \\
&\quad + \Sigma(f, p_0, p_6, p_7) T_{15}(f, p_0, p_1, p_2, p_8) + T_{16}(f, p_0, p_1, p_2, p_8)
\end{aligned} \tag{A.11}$$

$$\begin{aligned}
T_1(f, p_0, p_8) &= C^-(f, p_0, p_8) C^-(f, p_0, p_8) + S^-(f, p_0, p_8) S^+(f, p_0, p_8) \\
T_2(f, p_0, p_8) &= S^+(f, p_0, p_8) C^-(f, p_0, p_8) - S^-(f, p_0, p_8) C^+(f, p_0, p_8) \\
T_3(f, p_0, p_8) &= C^-(f, p_0, p_8) S^-(f, p_0, p_8) - C^+(f, p_0, p_8) S^+(f, p_0, p_8) \\
T_4(f, p_0, p_8) &= S^-(f, p_0, p_8) S^+(f, p_0, p_8) + C^+(f, p_0, p_8) C^+(f, p_0, p_8)
\end{aligned} \tag{A.12}$$

$$\begin{aligned}
T_5(f, p_0, p_1, p_8) &= C^-(f, p_0, p_8) U_1(f, p_0, p_1, p_8) - S^+(f, p_0, p_8) U_2(f, p_0, p_1, p_8) \\
T_6(f, p_0, p_1, p_8) &= -C^-(f, p_0, p_8) U_3(f, p_0, p_1, p_8) + C^+(f, p_0, p_8) U_2(f, p_0, p_1, p_8) \\
T_7(f, p_0, p_1, p_8) &= S^-(f, p_0, p_8) U_1(f, p_0, p_1, p_8) - S^+(f, p_0, p_8) U_4(f, p_0, p_1, p_8) \\
T_8(f, p_0, p_1, p_8) &= -S^-(f, p_0, p_8) U_3(f, p_0, p_1, p_8) + C^+(f, p_0, p_8) U_4(f, p_0, p_1, p_8)
\end{aligned} \tag{A.13}$$

$$\begin{aligned}
T_9(f, p_0, p_1, p_2, p_8) &= S^-(f, p_0, p_8) V_1(f, p_0, p_1, p_2, p_8) - C^-(f, p_0, p_8) V_2(f, p_0, p_1, p_2, p_8) \\
T_{10}(f, p_0, p_1, p_2, p_8) &= S^-(f, p_0, p_8) V_3(f, p_0, p_1, p_2, p_8) - S^+(f, p_0, p_8) V_2(f, p_0, p_1, p_2, p_8) \\
T_{11}(f, p_0, p_1, p_2, p_8) &= -C^+(f, p_0, p_8) V_1(f, p_0, p_1, p_2, p_8) + C^-(f, p_0, p_8) V_4(f, p_0, p_1, p_2, p_8) \\
T_{12}(f, p_0, p_1, p_2, p_8) &= -C^+(f, p_0, p_8) V_3(f, p_0, p_1, p_2, p_8) + S^+(f, p_0, p_8) V_4(f, p_0, p_1, p_2, p_8)
\end{aligned} \tag{A.14}$$

A.2/ FACTORISATION DE LA CONDITION DE RÉSONANCE

Dans un second temps, il faut factoriser la condition de résonance pour faire apparaître sa linéarité suivant différents paramètres.

A.2.1/ CONDITION DE RÉSONANCE « À VIDE »

La condition de résonance « à vide » peut être écrite de manière à faire apparaître sa linéarité par rapport aux couples de paramètres (p_4, p_5) et (p_6, p_7) . Elle est ici écrite pour une identification expérimentale des paramètres du résonateur à partir d'un jeu de l fréquences de résonance « à vide ». Dans cette partie, l'indice i est un entier compris entre 1 et l .

La condition de résonance « à vide » linéaire par rapport à p_6 et p_7 s'écrit :

$$\begin{aligned} \mathcal{R}_{\text{libre}}(f, p_0, p_1, p_2, p_4, p_5, p_6, p_7, p_8) = & A_1(f, p_0, p_1, p_2, p_4, p_5, p_8) p_6 \\ & + A_2(f, p_0, p_1, p_2, p_4, p_5, p_8) p_7 + A_3(f, p_0, p_1, p_2, p_4, p_5, p_8) = \vec{0} \end{aligned} \quad (\text{A.15})$$

avec : $\mathcal{R}_{\text{libre}}$, A_1 , A_2 et A_3 des vecteurs de dimension l et leurs composantes s'écrivent :

$$A_{1j}(f_j, p_0, p_1, p_2, p_4, p_5, p_8) = - \frac{\mu(f_j, p_0)^3 \left[\theta(f_j, p_0, p_4, p_5) T_{13}(f_j, p_0, p_1, p_2, p_8) + T_{15}(f_j, p_0, p_1, p_2, p_8) \right]}{p_2^2} \quad (\text{A.16})$$

$$A_{2j}(f_j, p_0, p_1, p_2, p_4, p_5, p_8) = \frac{p_0 \left[\theta(f_j, p_0, p_4, p_5) T_{13}(f_j, p_0, p_1, p_2, p_8) + T_{15}(f_j, p_0, p_1, p_2, p_8) \right]}{\mu(f_j, p_0) p_2^2} \quad (\text{A.17})$$

$$A_{3j}(f_j, p_0, p_1, p_2, p_4, p_5, p_8) = \frac{\theta(f_j, p_0, p_4, p_5) T_{14}(f_j, p_0, p_1, p_2, p_8) + T_{16}(f_j, p_0, p_1, p_2, p_8)}{p_2^2} \quad (\text{A.18})$$

La condition de résonance « à vide » linéaire par rapport à p_4 et p_5 s'écrit :

$$\begin{aligned} \mathcal{R}_{\text{libre}}(f, p_0, p_1, p_2, p_4, p_5, p_6, p_7, p_8) &= B_1(f, p_0, p_1, p_2, p_6, p_7, p_8) p_4 \\ &+ B_2(f, p_0, p_1, p_2, p_6, p_7, p_8) p_5 + B_3(f, p_0, p_1, p_2, p_6, p_7, p_8) = \vec{0} \end{aligned} \quad (\text{A.19})$$

avec : B_1 , B_2 et B_3 des vecteurs de dimension l et leurs composantes s'écrivent :

$$B_{1j}(f_j, p_0, p_1, p_2, p_6, p_7, p_8) = \frac{p_0 [\Sigma(f_j, p_0, p_6, p_7) T_{13}(f_j, p_0, p_1, p_2, p_8) + T_{14}(f_j, p_0, p_1, p_2, p_8)]}{\mu(f_j, p_0)^3 p_2^2} \quad (\text{A.20})$$

$$B_{2j}(f_j, p_0, p_1, p_2, p_6, p_7, p_8) = -\frac{\mu(f_j, p_0) [\Sigma(f_j, p_0, p_6, p_7) T_{13}(f_j, p_0, p_1, p_2, p_8) + T_{14}(f_j, p_0, p_1, p_2, p_8)]}{p_2^2} \quad (\text{A.21})$$

$$B_{3j}(f_j, p_0, p_1, p_2, p_6, p_7, p_8) = \frac{\Sigma(f_j, p_0, p_6, p_7) T_{15}(f_j, p_0, p_1, p_2, p_8) + T_{16}(f_j, p_0, p_1, p_2, p_8)}{p_2^2} \quad (\text{A.22})$$

A.2.2/ CONDITION DE RÉSONANCE « EN CONTACT »

De même que précédemment, la condition de résonance « en contact » s'écrit de manière à faire apparaître sa linéarité par rapport aux paramètres Z , p_3^2 et p_9 . Pour obtenir la linéarité suivant p_9 il faut négliger le terme $\frac{p_1^2 p_5^2 p_3^2 \mu^4}{6 p_2^2} F_1$ dans l'équation (A.7). Cette approximation est possible car la valeur du paramètre est très petite devant 1, rendant négligeable le terme quadratique. La borne inférieure de p_9 est 10^{-9} (voir Eqs. (1.52) et (1.58)). Les paramètres du résonateur p_0 , p_1 , p_2 , p_4 , p_5 , p_6 , p_7 et p_8 étant identifiés à partir de ses fréquences de résonance « à vide », ils ne sont plus indiqués dans la suite de l'identification. La condition est réécrite pour une identification des constantes élastiques à partir de m jeux de n fréquences de résonance « en contact ». Dans cette partie, l'indice j est un entier compris entre 1 et $n \times m$. Pour traiter un cas plus complexe dans lequel la raideur du matériau testé varie avec la fréquence d'excitation et la distance d'appui, X et p_9 sont des vecteurs de dimensions $n \times m$. Les composantes de p_9 peuvent s'écrire sous la forme : $p_{9j} = p_{90} + a_j^3 p_{9a}$, a étant le vecteur de dimension $n \times m$ contenant les différents rayons de contact.

La condition de résonance linéarisée « en contact » linéaire par rapport à p_9 s'écrit :

$$\mathcal{R}_{\text{contact}}|_{p_9^2}(f, p_3, p_9, X, Z) = C_1(f, p_3, X, Z) p_{90} + C_1(f, p_3, X, Z) a^3 p_{9a} + C_2(f, p_3, X, Z) = \vec{0} \quad (\text{A.23})$$

avec : $\mathcal{R}_{contact/p_9^2}$, C_1 et C_2 des vecteurs de dimension $n \times m$ et leurs composantes s'écrivent :

$$C_{1j}(f_j, p_3, X_j, Z) = \frac{p_1 \left[-3p_3^2 X_j (2Z + 1) F_1(f_j) + p_3^2 \mu(f_j, p_0)^3 F_2(f_j) - 6\mu(f_j) F_3(f_j) \right]}{6p_2^2} \quad (\text{A.24})$$

$$C_{2j}(f_j, p_3, X_j, Z) = \frac{X_j \left[p_3^2 Z \left(3X_j F_1(f_j) - \mu(f_j)^3 F_2(f_j) \right) + 3\mu(f_j) F_3(f_j) \right] + F_4(f_j)}{\mu(f_j)^4 p_2^2} \quad (\text{A.25})$$

La condition de résonance linéarisée « en contact » linéaire par rapport à p_3^2 s'écrit :

$$\mathcal{R}_{contact/p_9^2}(f, p_3, p_9, X, Z) = D_1(f, p_9, X, Z) p_3^2 + D_2(f, p_9, X) = \vec{0} \quad (\text{A.26})$$

avec : D_1 et D_2 des vecteurs de dimension $n \times m$ et dont les composantes associées s'écrivent :

$$D_{1j}(f_j, p_{9j}, X_j, Z) = \frac{1}{6\mu(f_j)^4 p_2^2} \left\{ 3X_j \left[6X_j Z - (2Z + 1) p_1 p_{9j} \mu(f_j)^4 \right] F_1(f_j) + \mu(f_j)^3 \left[\mu(f_j)^4 p_1 p_{9j} - 6X_j Z \right] F_2(f_j) \right\} \quad (\text{A.27})$$

$$D_{2j}(f_j, p_{9j}, X_j) = \frac{\left[3X_j - \mu(f_j)^4 p_1 p_{9j} \right] F_3(f_j) + \mu(f_j)^3 F_4(f_j)}{\mu(f_j)^3 p_2^2} \quad (\text{A.28})$$

La condition de résonance linéarisée « en contact » linéaire par rapport à Z s'écrit :

$$\mathcal{R}_{contact/p_9^2}(f, p_3, p_9, X, Z) = E_1(f, p_3, p_9, X) Z + E_2(f, p_3, p_9, X) = \vec{0} \quad (\text{A.29})$$

avec : E_1 et E_2 des vecteurs de dimension $n \times m$ et dont les composantes associées s'écrivent :

$$E_{1j}(f_j, p_3, p_{9j}, X_j) = \frac{p_3^2 X_j \left[(3X_j - p_1 p_{9j}) F_1(f_j) - \mu(f_j)^3 F_2(f_j) \right]}{\mu(f_j)^4 p_2^2} \quad (\text{A.30})$$

$$E_{2j}(f_j, p_3, p_{9j}, X_j) = \frac{1}{6\mu(f_j)^3 p_2^2} \left\{ -p_1 p_{9j} p_3^2 \mu(f_j)^3 \left[3X_j F_1(f_j) - \mu(f_j)^3 F_2(f_j) \right] + \left[18X_j - 6p_1 p_{9j} \mu^4 \right] F_3(f_j) + 6\mu(f_j)^3 F_4(f_j) \right\} \quad (\text{A.31})$$

MÉTHODE D'EXTRACTION DES FRÉQUENCES DE RÉSONANCE

L'étape d'extraction consiste à partir des spectres en amplitude à obtenir les valeurs exactes des fréquences des modes « à vide » ou « en contact ». Les spectres mesurés contiennent k points de mesure. La méthode d'extraction des fréquences de résonance est décrite par le schéma de la figure B.1. Pour cela, considérons que l'amplitude de vibration en fonction de la fréquence au voisinage de la résonance est une gaussienne :

$$\begin{aligned} A_{extract}(f_{exp}, f_{extract}, \Delta f_{extract}, a_{extract}) &= a_{extract} e^{-\left(\frac{f_{exp} - f_{extract}}{\Delta f_{extract}}\right)^2} \\ &= a_{extract} E_{extract}(f_{exp}, f_{extract}, \Delta f_{extract}) \end{aligned} \quad (B.1)$$

avec : $A_{extract}$ l'amplitude extraite du spectre et $E_{extract}$ sont des vecteurs à k composantes, f_{exp} est un vecteur dont les k composantes sont les fréquences expérimentales (fréquences d'excitation du bimorphe) mesurées sur le spectre fréquentiel, $f_{extract}$ est la fréquence du mode extrait, $\Delta f_{extract}$ est la largeur du pic de résonance et $a_{extract}$ est l'amplitude maximale du pic de résonance.

Une procédure de minimisation est utilisée pour identifier numériquement les valeurs des paramètres $f_{extract}$, $\Delta f_{extract}$ et $a_{extract}$. L'expérience montre que pour un fonctionnement optimal de la procédure, il faut que l'intervalle de fréquence utilisé (f_{exp}) soit 1,5 à 2 fois supérieur à la largeur du pic $\Delta f_{extract}$. Un résidu est d'abord défini à partir des amplitudes extraites $A_{extract}$ et expérimentales A_{exp} :

$$\begin{aligned} R_{extract}(f_{exp}, f_{extract}, \Delta f_{extract}, a_{extract}) &= \frac{A_{extract}(f_{exp}, f_{extract}, \Delta f_{extract}, a_{extract}) - A_{exp}(f_{exp})}{A_{exp}(f_{exp})} \\ &= \frac{a_{extract} E_{extract}(f_{exp}, f_{extract}, \Delta f_{extract}) - A_{exp}(f_{exp})}{A_{exp}(f_{exp})} \end{aligned} \quad (B.2)$$

avec : A_{exp} un vecteur dont les k composantes représentent l'amplitude du spectre expérimental, $R_{extract}$ est un vecteur de même dimension que A_{exp} .

La 1^{re} étape consiste à retrouver linéairement les valeurs optimales $\tilde{a}_{extract}$ en minimisant $R_{extract}$, pour arriver au résidu suivant :

$$\begin{aligned}\eta_{extract_0}^2(f_{exp}, f_{extract}, \Delta f_{extract}, \tilde{a}_{extract}) &= \min_{a_{extract}} \left\| R_{extract}(f_{exp}, f_{extract}, \Delta f_{extract}, a_{extract}) \right\|^2 \\ &= \left\| R_{extract}(f_{exp}, f_{extract}, \Delta f_{extract}, \tilde{a}_{extract}) \right\|^2\end{aligned}\quad (B.3)$$

La valeur optimale $\tilde{a}_{extract}$ est obtenue par la résolution du système d'équations linéaires, dont la solution s'écrit :

$$\tilde{a}_{extract} = -\left({}^tE_{extract} \cdot E_{extract}\right)^{-1} \cdot \left({}^tE_{extract} \cdot A_{exp}\right) \quad (B.4)$$

La 2^e étape consiste à minimiser $\eta_{extract_0}^2$ avec la fonction « fminbnd » de MATLAB® qui utilise la méthode du nombre d'or avec une interpolation parabolique pour obtenir la valeur optimale $\tilde{\Delta f}_{extract} \in [0, f_{exp_{max}} - f_{exp_{min}}]$ et le résidu suivant :

$$\begin{aligned}\eta_{extract_1}^2(f_{exp}, f_{extract}, \tilde{\Delta f}_{extract}, \tilde{a}_{extract}) &= \min_{\Delta f_{extract}} \eta_{extract_0}^2(f_{exp}, f_{extract}, \Delta f_{extract}, \tilde{a}_{extract}) \\ &= \left\| R_{extract}(f_{exp}, f_{extract}, \tilde{\Delta f}_{extract}, \tilde{a}_{extract}) \right\|^2\end{aligned}\quad (B.5)$$

La 3^e étape consiste, à $\tilde{\Delta f}_{extract}$ et $\tilde{a}_{extract}$ fixés, à minimiser $\eta_{extract_1}^2$, en utilisant de nouveau la fonction « fminbnd » afin d'obtenir la valeur optimale $\tilde{f}_{extract} \in [(1-0, 1)f_{mes}, (1+0, 1)f_{mes}]$ (f_{mes} est la valeur de la fréquence correspondante au maximum d'amplitude du spectre A_{exp}) et le résidu final :

$$\begin{aligned}\eta_{extract_2}^2(f_{exp}, \tilde{f}_{extract}, \tilde{\Delta f}_{extract}, \tilde{a}_{extract}) &= \min_{f_{extract}} \eta_{extract_1}^2(f_{exp}, f_{extract}, \tilde{\Delta f}_{extract}, \tilde{a}_{extract}) \\ &= \left\| R_{extract}(f_{exp}, \tilde{f}_{extract}, \tilde{\Delta f}_{extract}, \tilde{a}_{extract}) \right\|^2\end{aligned}\quad (B.6)$$

Le minimum du résidu $\eta_{extract_2}^2$ est obtenu pour les valeurs optimales des différents paramètres $\tilde{f}_{extract}$, $\tilde{\Delta f}_{extract}$ et $\tilde{a}_{extract}$.

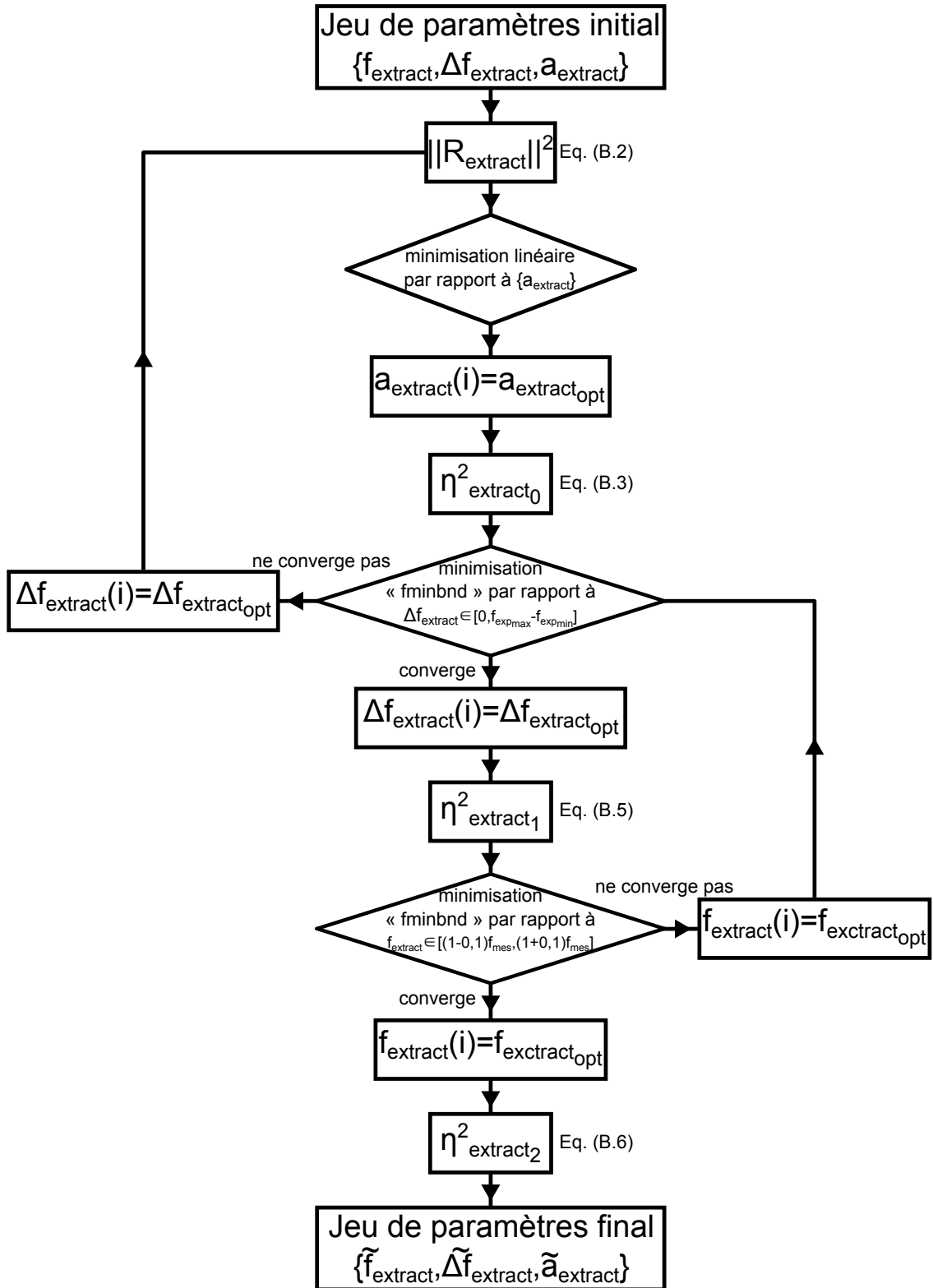


FIGURE B.1 – Schéma de l'algorithme d'extraction des fréquences de résonance.

La figure B.2 présente un exemple d'extraction pour un mode libre. Les croix rouges correspondent à l'amplitude du microlevier mesurée A_{exp} en fonction de la fréquence d'excitation imposée f_{exp} . Le trait noir correspond à l'amplitude extraite $A_{extract}$ en fonction de la fréquence d'excitation. La fréquence $\tilde{f}_{extract}$ correspondant au maximum de ce spectre définit la fréquence de résonance utilisée dans les procédures d'identification.

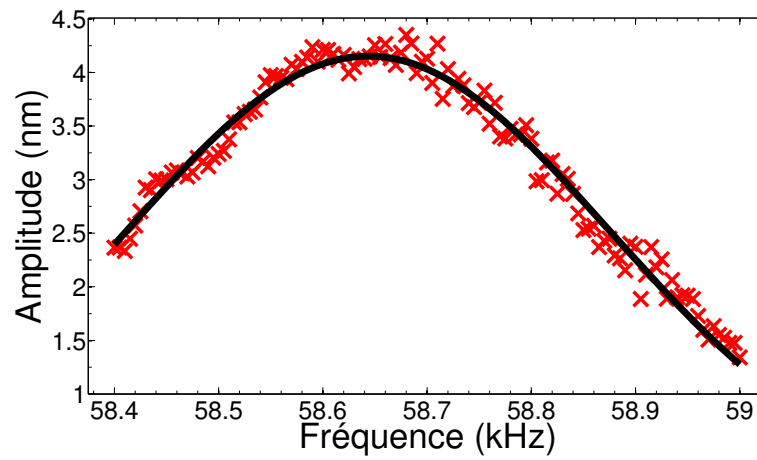


FIGURE B.2 – Exemple d'un mode libre mesuré $A_{exp}(f_{exp})$ (croix) et extrait $A_{extract}(f_{exp})$ (trait).

NANOINDENTATION

La nanoindentation instrumentée est une méthode de mesure des propriétés mécaniques des matériaux aux échelles micro et nanométrique. Elle consiste à venir enfoncer un indenteur de géométrie parfaitement connue dans le matériau à tester puis de l'escamoter. Durant ce test la force P et la profondeur d'indentation h sont mesurées simultanément. L'analyse des réponses expérimentales à la charge et à la décharge permet d'accéder à l'élasticité et à la dureté du matériau testé. Contrairement à d'autres méthodes, celle-ci est légèrement destructive puisqu'il subsiste localement des empreintes micrométriques.

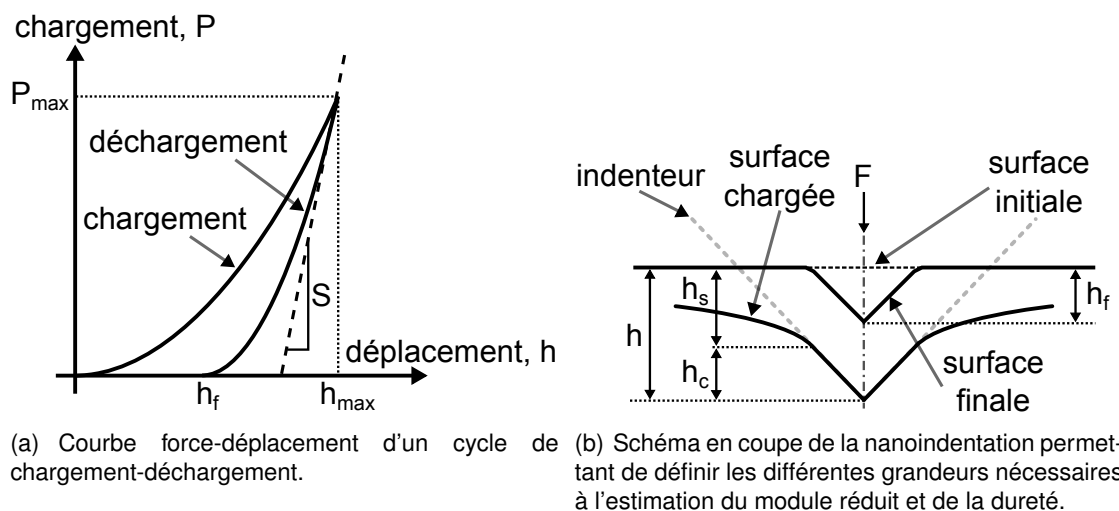


FIGURE C.1 – Principe de la nanoindentation.

La méthode classique pour mesurer un module d'élasticité en nanoindentation a été proposée par Oliver et Pharr [15]. Elle consiste à charger progressivement avec une force de quelques μN à quelques mN un indenteur de forme connue afin de le faire pénétrer dans le matériau à tester. Il s'agit d'une méthode quasi-statique puisque le chargement s'effectue entre quelques secondes et quelques minutes. L'indenteur pénètre suivant la nature du matériau de quelques nm à quelques μm . Ensuite il est déchargé et une empreinte résiduelle subsiste (Fig. C.1(b)). L'enregistrement continu de la force appliquée sur l'indenteur et de son déplacement donne une courbe du cycle de chargement-déchargement comme celle de la Fig. C.1(a).

L'étude de cette courbe permet d'obtenir la rigidité initiale du déchargement S . Ce paramètre permet de remonter au module d'élasticité réduit E^* par la relation suivante [15]-[16]-[60] :

$$E^* = \frac{S}{2\beta} \sqrt{\frac{\pi}{A(h_c)}} \quad (C.1)$$

avec : β une constante qui permet de prendre en compte la non axisymétrie de l'indenteur, $A(h_c)$ l'aire projetée du contact élastique et h_c la profondeur de contact.

L'équation C.1 provient des équations du contact élastique formulées par Sneddon pour un indenteur axisymétrique de forme donnée et pour un matériau semi-infini uniforme et isotrope, elles même dérivées des travaux initiaux de Boussinesq. Cela limite donc théoriquement l'application de cette méthode à des matériaux massifs isotropes. Notons que Li et Vlassak [60] proposent une méthode similaire qui s'applique aux matériaux en couches ultra-minces déposés sur un substrat. Dans le cas de la méthode d'Oliver et Pharr et pour un indenteur de type Berkovich, $A(h_c)$ est donnée par les relations suivantes [16] :

$$h_c = h_{max} - h_s \quad (C.2)$$

$$h_s = \epsilon \frac{P_{max}}{S} \quad (C.3)$$

$$A(h_c) = 24,56h_c^2 + \sum_{n=1}^8 C_n h_c^{\frac{1}{n}} \quad (C.4)$$

avec : h_{max} la profondeur d'indentation maximum, h_s la déflection élastique de la surface, ϵ une constante qui dépend de la géométrie de l'indenteur, P_{max} le chargement maximum et C_n des constantes déterminées par une procédure de recalage sur un matériau étalon (SiO_2 fondue) pour déterminer le plus exactement possible l'arrondi de la pointe utilisée. A noter que le coefficient $24,56h_c^2$ correspond à la surface projetée d'un indenteur Berkovich qui a présentement été utilisé.

Le module d'indentation (ou d'élasticité réduit) du matériau E^* s'obtient finalement par l'équation suivante :

$$\frac{1}{E^*} = \frac{1 - \nu_S^2}{E_S} + \frac{1 - \nu_I^2}{E_I} \quad (C.5)$$

avec : E_S et ν_S le module de Young et le coefficient de Poisson de l'échantillon et E_I et ν_I ceux de l'indenteur. Dans le cas où : $E_I \gg E_S$, le module d'indentation vaut $E^* = E_S \left[1/(1 - \nu_S^2) + o(E_S/E_I) \right]$.

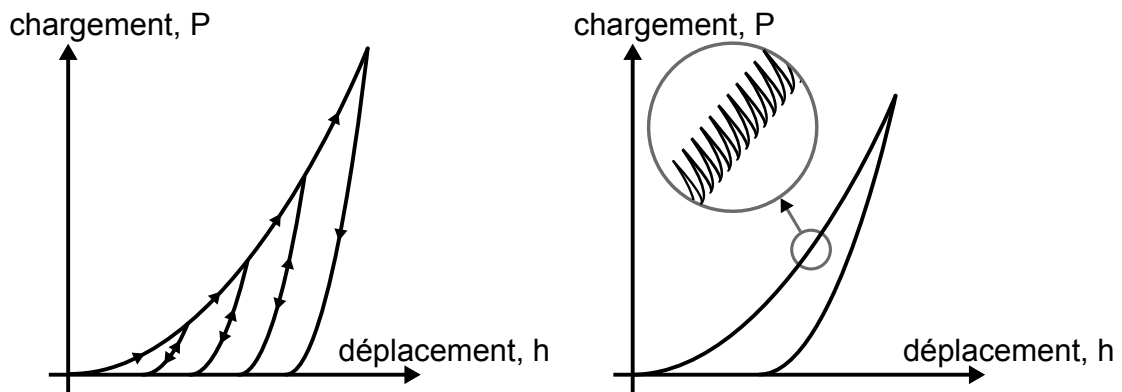
Cette méthode seule ne permet pas d'obtenir séparément les constantes élastiques du matériau mais seulement une combinaison des deux.

La dureté H_B du matériau testé est simplement donnée par la formule :

$$H_B = \frac{P_{max}}{A(h_c)} \quad (C.6)$$

Il existe plusieurs types de chargements comme montré sur les figures C.1(a), C.2(b) et C.2(a) : une charge-décharge, un chargement progressif multi-cycle (CMC) et une méthode où est superposée au chargement continu une oscillation harmonique pour accéder en continu à la rigidité de contact (Continuous Stiffness Measurement, CSM). La méthode CMC [18] consiste à charger le matériau à tester, jusqu'à une première valeur de chargement, ensuite il est déchargé et immédiatement rechargé jusqu'à une seconde valeur de chargement supérieure à la première et ainsi de suite sur n cycles (Fig. C.2(a)). Elle permet de mesurer le module d'élasticité $E_S/(1 - \nu_S^2)$ à chaque cycle et donc pour différents enfoncements.

La méthode CSM [60]-[17] consiste à appliquer une force harmonique en plus du chargement classique (Fig. C.2(b)). Elle permet de mesurer le module d'indentation (ou d'élasticité réduit) en tout « point » du cycle et non plus pour quelques profondeurs d'indentation.



(a) Courbe force-déplacement dans le cas de la méthode de chargement progressif multi-cycle (CMC) pour un matériau purement élastique. (b) Courbe force-déplacement dans le cas de la méthode Continuous Stiffness Measurement (CSM).

FIGURE C.2 – Principe des méthodes CMC et CSM.

Notons que pour obtenir séparément le module de Young et le coefficient de Poisson, il est possible de coupler la nanoindentation avec une autre méthode expérimentale comme le proposent différents auteurs. Par exemple Bamber *et al* [19] combinent la nanoindentation et la microscopie acoustique ou comme cela a été fait en couplant SMM et nanoindentation [20]. Chacune des deux méthodes donne la valeur du module de Young en fonction de celle du coefficient de Poisson et l'intersection des deux courbes représentatives donne les constantes élastiques découplées. A noter qu'à ces échelles micrométriques l'intersection des résultats expérimentaux obtenus par différentes techniques à sonde locale conduit souvent soit à valider les méthodes elles-mêmes, soit à déterminer séparément des propriétés mécaniques couplées lors d'un seul type d'essai. Par exemple, la nanoindentation, le SMM et l'acoustique pico-seconde conduisent à trois relations différentes entre les constantes élastiques ce qui pourrait être mis à profit pour accéder aux coefficients de rigidités locales (C_{ij}) de matériaux orthotropes.

DIMENSIONNEMENT DES ÉPROUVETTES

La procédure pour fabriquer un prisme avec un gradient d'indice à partir d'une éprouvette plane a été décrite dans la partie 2.2.3.1. Le dimensionnement de ces éprouvettes est décrit dans cette annexe. Les éprouvettes sont usinées à partir d'une plaque de résine époxy PS-8A (Vishay Micro-Measurements) de 3 mm d'épaisseur et dont le module de Young vaut 15,4 MPa à $T_g \approx 85^\circ\text{C}$ (mesuré par un essai de traction avec un DMA (Dynamic Mechanical Analyser)) et le coefficient de Poisson de 0,36 (donnée fabricant [61]).

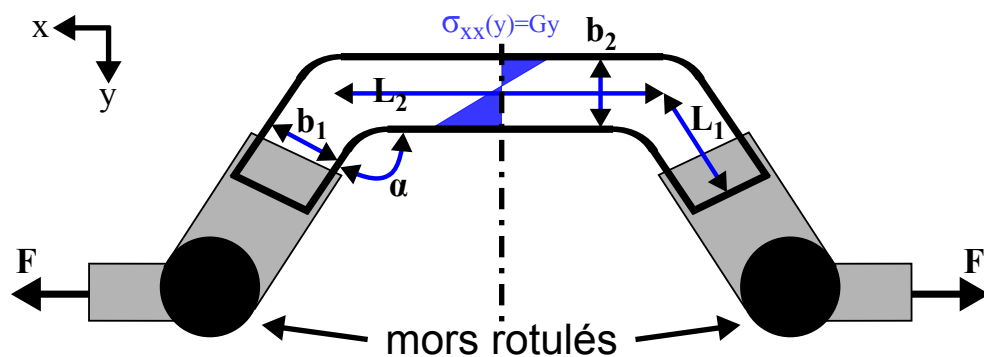


FIGURE D.1 – Description géométrique de l'éprouvette.

La forme des éprouvettes (voir Fig .D.1) est définie de façon à pouvoir les fixer dans la machine de traction et à obtenir la distribution souhaitée pour le champ de contraintes (voir Eq. 2.8) dans sa partie centrale (prisme).

Le dimensionnement des éprouvettes a pour objectif d'obtenir un gradient uniaxial de contraintes G (et donc d'indice) maximal dans la partie prisme. Une partie des dimensions est imposée par les objectifs disponibles pour le microscope (voir Tab. D.1). En effet, les prismes doivent couvrir la totalité de la pupille des objectifs utilisés, ce qui impose les largeurs b_2 des éprouvettes. Le gradient de contraintes doit être homogène dans la zone couverte par la pupille ainsi les longueurs L_2 sont définies telles que : $L_2 = b_2 + 30\text{ mm}$ afin de s'assurer que les parties des éprouvettes contenant le gradient de contraintes couvrent bien les pupilles des objectifs. Il reste alors à trouver les largeurs b_1 , les longueurs L_1 et les angles α des bras des éprouvettes ainsi que les efforts F à appliquer. Ces dimensions sont calculées de façon à maximiser le gradient

de contraintes G dans la partie centrale de chaque éprouvette, sachant que :

- l'allongement maximal d'une éprouvette autorisé par la machine de traction est de 6 mm entre les centres des rotules.
- l'angle α doit être compris entre 10° (pour éviter une éprouvette trop « droite » et donc trop longue pour la machine de traction) et 80° (pour que l'éprouvette tienne dans les mors, les rotules ayant un battement limité),
- l'effort F imposé doit être inférieur à l'effort entraînant le flambement de l'éprouvette,
- la déformation ϵ_{xx} dans la partie centrale de l'éprouvette doit être inférieure à 7% afin de rester dans le domaine élastique.

Pour ce faire un modèle éléments finis 2D des éprouvettes a été développé et une boucle a été mise en place afin de tester toutes les géométries possibles. Ainsi, pour chaque éprouvette, la géométrie donnant le gradient de contraintes maximal tout en respectant les contraintes établies a été sélectionnée (voir Tab. D.2 pour les différentes valeurs retenues).

Dimensions imposées des éprouvettes			
	<i>Éprouvette 1</i>	<i>Éprouvette 2</i>	<i>Éprouvette 3</i>
b_2	12,7 mm	18,1 mm	9,45 mm
L_2	42,5 mm	48,3 mm	39,5 mm

TABLE D.1 – Dimensions imposées des éprouvettes.

Dimensions, efforts et gradient d'indice calculés des éprouvettes			
	<i>Éprouvette 1</i>	<i>Éprouvette 2</i>	<i>Éprouvette 3</i>
b_1	11,4 mm	16,1 mm	7,70 mm
L_1	14,0 mm	14,8 mm	10,7 mm
α	61,9°	64,7°	70,5°
F	3,16 N	5,27 N	2,17 N
Gradient d'indice théorique c_{TE}	0,180 m^{-1}	0,123 m^{-1}	0,245 m^{-1}

TABLE D.2 – Dimensions et efforts calculées des éprouvettes.

MESURE DU GRADIENT D'INDICE

Dans la partie 2.2.3.1, la procédure pour fabriquer un prisme avec un gradient d'indice a été décrite. Une fois le prisme réalisé, il faut mesurer son gradient d'indice. Cette annexe est consacrée à la description de la procédure permettant d'obtenir la valeur du gradient d'indice c_{TE} .

La première étape consiste à utiliser un banc de photoélasticimétrie, l'éprouvette de traction contenant le prisme est placée entre deux polariseurs croisés (voir Fig. E.1 pour l'orientation des polariseurs) et le tout est éclairé par une lampe au sodium ($\lambda = 589 \text{ nm}$). Cette méthode permet de visualiser la différence entre les contraintes principales dans le plan du prisme (plan Π , voir Fig. E.1) via la biréfringence qu'elles induisent dans le matériau. Cette étape va en premier lieu permettre de vérifier que le gradient de contraintes désiré (Eq. (2.8)) est bien figé dans le matériau.

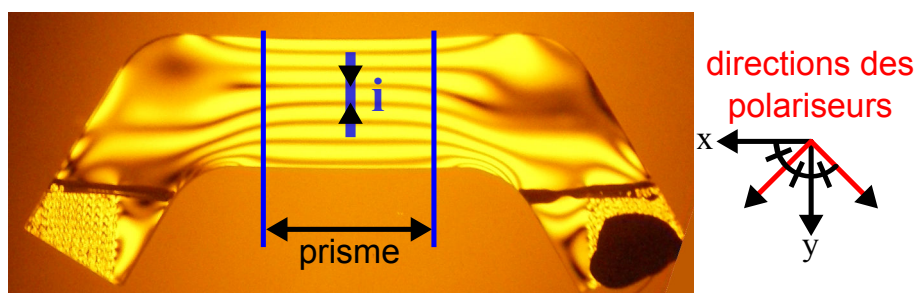
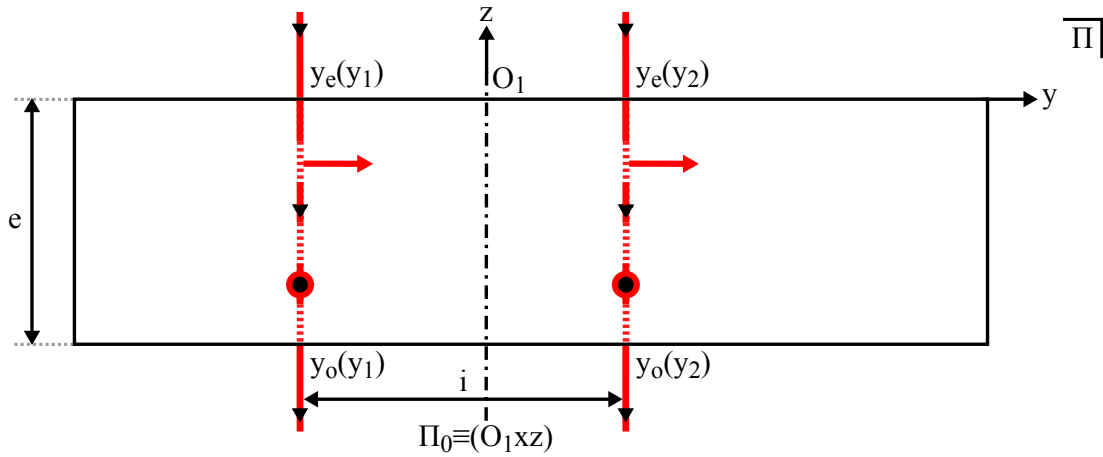


FIGURE E.1 – Illustration de l'interfrange i sur la photographie d'un prisme réel entre 2 polariseurs croisés.

La figure E.1 est une photographie d'une éprouvette (Eprouvette 1 voir tableaux D.1, D.2 et E.1) dans le banc de photoélasticimétrie. Dans la partie utile de l'éprouvette les franges d'interférences parallèles au bord du prisme et équidistantes révèlent la présence du gradient uniaxial de contraintes désiré.

La seconde étape consiste à mesurer l'interfrange i puis à le relier au gradient d'indice c_{TE} .

FIGURE E.2 – Tracé des rayons dans le prisme pour la mesure du gradient d'indice c_{TE} .

Pour lier l'interfrange au gradient d'indice, il faut d'abord calculer le déphasage entre les rayons TE et TM après un passage à travers le prisme éclairé en incidence normale ($\theta_e = 0^\circ$). Pour ce faire, utilisons les équations (2.20) et (2.24) qui correspondent aux chemins optiques des rayons TE et TM, respectivement. Le déphasage ϕ_i s'écrit :

$$\phi_i(y) = \frac{2\pi}{\lambda} \left\{ L_{TE_{\text{aller}}}(\theta_e = 0^\circ, y_e(y)) - L_{TM_{\text{aller}}}(\theta_e = 0^\circ) \right\} \quad (\text{E.1})$$

Après un développement limité au 1^{er} ordre par rapport à $(c_{TE}e)$, le déphasage devient :

$$\phi_i(y) = \frac{2\pi}{\lambda} c_{TE} e y_e(y) \quad (\text{E.2})$$

L'interfrange i correspond à un déphasage $\Delta\phi_i$ égal à 2π entre deux rayons à la sortie.

$$\begin{aligned} \Delta\phi_i &= \phi_i(y_2) - \phi_i(y_1) \\ &= 2\pi \\ &= \frac{2\pi}{\lambda} c_{TE} e (y_e(y_2) - y_e(y_1)) \end{aligned} \quad (\text{E.3})$$

L'interfrange i est égal à la différence entre les points de sorties $y_o(y_1)$ et $y_o(y_2)$ des rayons, qui peuvent-être reliés aux points d'entrées $y_e(y_1)$ et $y_e(y_2)$. Du fait de l'incidence normale ($\theta_e = 0^\circ$), les points d'entrées $(y_e(y_1), y_e(y_2))$ et de sorties $(y_o(y_1), y_o(y_2))$ ont les mêmes positions suivant y .

$$i = y_o(y_2) - y_o(y_1) = y_e(y_2) - y_e(y_1) \quad (\text{E.4})$$

Il faut ensuite utiliser conjointement les deux équations précédentes (E.3) et (E.4).

$$2\pi = \frac{2\pi}{\lambda} c_{TE} e i \quad (\text{E.5})$$

Au final, l'équation liant l'interfrange i au gradient d'indice c_{TE} s'écrit :

$$c_{TE} = \frac{\lambda}{ei} \quad (\text{E.6})$$

avec : $e = 3 \text{ mm}$ l'épaisseur du prisme et $\lambda = 589 \text{ nm}$ la longueur d'onde de la source lumineuse (lampe au sodium).

Les valeurs des interfranges et des gradients d'indice pour les différents prismes fabriqués sont résumées dans le tableau E.1. La mesure de l'interfrange est la source principale de l'incertitude sur la valeur de c_{TE} évoquée dans les parties précédentes expliquant la calibration du système 2.3.2 et 2.3.1. L'incertitude sur l'interfrange i est calculée en considérant que le nombre de frange est égale au nombre de frange complète plus une car il y a systématiquement une ou deux frange(s) incomplète(s) aux extrémités du prisme. L'incertitude supplémentaire sur le gradient d'indice c_{TE} vient des incertitudes sur l'épaisseur, issue de l'outil de mesure, et sur la valeur de la longueur d'onde, la lampe au sodium n'étant pas une source monochromatique. Les valeurs des gradient d'indice c_{TE} sont à comparer aux valeurs théoriques (voir Tab. D.2). Les valeurs réelles sont inférieures car les efforts appliqués sur les éprouvettes au cours de la fabrication des prismes ont été inférieurs aux valeurs prévues théoriquement (voir Tab. D.2), la machine de traction ne pouvant appliquer les efforts voulus.

Valeurs du gradient d'indice pour les différents prismes			
	Prisme 1	Prisme 2	Prisme 3
Largeur	12,66 mm	18,07 mm	9,45 mm
Nombre de frange complète	9	7	9
Interfrange i	1,41 mm + 10%	2,58 mm + 12,5%	1,05 mm + 10%
Gradient d'indice c_{TE}	0,139 m ⁻¹ + 11,9%	7,61.10 ⁻² m ⁻¹ + 15,1%	0,187 m ⁻¹ + 11,9%

TABLE E.1 – Valeurs du gradient d'indice pour les différents prismes.

EFFET DE L'OUVERTURE NUMÉRIQUE SUR LES INTERFÉROGRAMMES

Dans les parties 2.2.4.1 et 2.2.4.2, les équations de la phase optique introduite par le prisme biréfringent et l'objet ont été calculées (Eqs. (2.28) et (2.38)). Il a été montré que pour un rayon donné la phase dépend du point d'entrée dans le prisme Y_e et de l'angle d'incidence α . Cela signifie que pour le faisceau complet la phase dépend de l'ouverture numérique de l'objectif ($NA = \sin(\alpha_{max})$). Cette annexe est consacrée à la description de la procédure pour obtenir l'interférogramme du faisceau complet.

Partons du lien entre l'angle d'incidence d'un rayon sur l'objet α et son point d'entrée dans le prisme Y_e , qui est obtenu par l'utilisation de la « condition des sinus » [62] et qui s'écrit :

$$\sin(\alpha) = -\frac{Y_e}{f_o} + o(\theta_e^2, \alpha_{PAS}^2, \theta_{PAS}^2) \quad (F.1)$$

A partir de cette équation, en utilisant les équations (2.28) et (2.38) et en considérant que le coefficient de réflexion ne dépend pas de α , la différence de phase totale s'écrit :

$$\phi(\gamma_{TE}, \alpha) = -\frac{4\pi}{\lambda} c_{TE} e f_o [1 + \sin^2(\alpha)] \gamma_{TE} - \frac{4\pi}{\lambda} \Delta Z \cos \alpha + \phi_{\theta_e} + \phi_{\Delta} + \phi_r + o(\gamma_{TE}^2) \quad (F.2)$$

Pour tenir compte de l'effet de l'ouverture numérique, il est nécessaire de considérer les contributions de chaque angle d'incidence (voir Fig. F.1), sur la base des équations (2.4) and (F.2). L'intensité lumineuse est obtenue en sommant la contribution de tous les rayons utiles :

$$I(\gamma_{TE}, \gamma_c, NA, m) = I_0 + AF(\gamma_{TE}, \gamma_c, NA, m) \quad (F.3)$$

F est obtenue en pondérant et en sommant la contribution de chaque rayon sur l'ouverture numérique. En raison de l'inclinaison de l'objet, une partie du faisceau lumineux n'est pas collectée au niveau de la pupille de l'objectif, de sorte que seuls les rayons utiles doivent être pris en considération. Les rayons utiles correspondent à la zone non grisée sur la figure F.2. Ainsi, les limites de cette zone définissent les bornes d'intégration pour les équations de F .

Pour $\gamma_{TE} \geq 0$:

$$F(\gamma_{TE}, \gamma_c, NA, m) = \frac{2 \int_{\theta_1}^{\pi} \int_{\alpha_1}^{\alpha_2(\theta)} f_1(\gamma_{TE}, \alpha, m) d\theta d\alpha + 2 \int_0^{\theta_2} \int_{\alpha_1}^{\alpha_3(\theta')} f_1(\gamma_{TE}, \alpha, m) d\theta' d\alpha}{2 \int_{\theta_1}^{\pi} \int_{\alpha_1}^{\alpha_2(\theta)} f_2(\alpha) d\theta d\alpha + 2 \int_0^{\theta_2} \int_{\alpha_1}^{\alpha_3(\theta')} f_2(\alpha) d\theta' d\alpha} \quad (F.4)$$

et pour $\gamma_{TE} \leq 0$:

$$F(\gamma_{TE}, \gamma_c, NA, m) = \frac{2 \int_0^{\theta_1} \int_{\alpha_2(\theta)}^{\alpha_1} f_1(\gamma_{TE}, \alpha, m) d\theta d\alpha + 2 \int_{\theta_2}^{\pi} \int_{\alpha_3(\theta')}^{\alpha_1} f_1(\gamma_{TE}, \alpha, m) d\theta' d\alpha}{2 \int_0^{\theta_1} \int_{\alpha_2(\theta)}^{\alpha_1} f_2(\alpha) d\theta d\alpha + 2 \int_{\theta_2}^{\pi} \int_{\alpha_3(\theta')}^{\alpha_1} f_2(\alpha) d\theta' d\alpha} \quad (F.5)$$

avec :

$$\begin{aligned} f_1(\gamma_{TE}, \alpha, m) &= \cos[\phi(\gamma_{TE}, \alpha)] P_m(\alpha) \sin \alpha & ; & & f_2(\alpha) &= P_1(\alpha) \sin \alpha \\ \theta_1 &= \arccos\left(\frac{2Y_{0p}}{D_{pup}}\right) & ; & & \theta_2 &= \arccos\left(\frac{-2Y_{0p}}{D_{pup}}\right) \\ \alpha_1 &= \arcsin\left(\frac{-Y_{0p}}{f_o}\right) & ; & & \alpha_2(\theta) &= \arcsin(-NA \cos \theta) \\ \alpha_3(\theta') &= \arcsin\left(-NA \cos \theta' - \frac{2Y_{0p}}{f_o}\right) & ; & & Y_{0p} &= \frac{g}{2} = -\frac{D_{pup}}{2} \frac{1 + NA^2}{2NA} (\gamma_{TE} + \gamma_c) + o(\gamma_{TE}^2, \gamma_c^2) \end{aligned} \quad (F.6)$$

D_{pup} est le diamètre de la pupille. g et Y_{0p} sont définis dans le plan $(O_p X_p Y_p)$ qui correspond au plan de la pupille, O_p étant son centre (voir Fig. F.2). g est la distance entre O_p et le centre du faisceau réfléchi C_p qui dépend de l'angle γ_{TE} . Y_{0p} est le centre de $[O_p C_p]$. γ_c décrit une perturbation sur le flux collecté (voir Fig. F.1). Il est utilisé pour prendre en compte les phénomènes négligeables qui ne sont pas décrits dans le modèle. Entre autres, cet angle est lié à la distance entre la pupille et le plan focal arrière, à la divergence du faisceau lumineux et au décentrement du faisceau par rapport à l'axe optique dans le cas d'un objectif réel.

$$\sin(\alpha) = \frac{r \cos(\theta)}{f_o} = \frac{r' \cos(\theta') - g}{f_o} \quad (F.7)$$

$(O_p r \theta)$ et $(C_p r' \theta')$ sont deux systèmes de coordonnées cylindriques (voir Fig. F.2) utilisés pour l'intégration.

P_m est la fonction d'apodisation, elle décrit la répartition de l'éclairement sur la pupille.

Il existe plusieurs choix possibles pour cette fonction [63], la forme suivante a été choisie :

$$P_m(\alpha) = [\cos(\alpha)]^m \quad (\text{F.8})$$

m est un paramètre utilisé pour décrire l'éclairage de la pupille. Dans les équations (F.4) et (F.5), la fonction P_1 apparaît dans les dénominateurs pour la pondération de F . Il est possible de choisir n'importe quelle valeur de m , mais en utilisant $m = 1$ le dénominateur est intégrable analytiquement de sorte que le temps de calcul dans le processus de calibration diminue sensiblement. Les valeurs des paramètres γ_c , NA et m sont identifiés lors de l'étape de calibration (voir partie 2.3.1).

BIBLIOGRAPHIE

- [1] A MCALEAVEY, G COLES, RL EDWARDS et WN SHARPE : Mechanical properties of SU-8. *Materials Research Society Symposium Proceedings*, 546:213–218, 1999.
- [2] DS GIANOLA et C EBERL : Micro-and nanoscale tensile testing of materials. *JOM*, 61(3):24–35, 2009.
- [3] KJ HEMKER et WN SHARPE JR : Microscale characterization of mechanical properties. *Annu. Rev. Mater. Res.*, 37:93–126, 2007.
- [4] JJ VLASSAK et WD NIX : New bulge test technique for the determination of Young's modulus and Poisson's ratio of thin films. *Journal of Materials Research*, 7(12):3242–3249, 1992.
- [5] TP WEIHS, S HONG, JC BRAVMAN et WD NIX : Mechanical deflection of cantilever microbeams : A new technique for testing the mechanical properties of thin films. *Journal of Materials Research*, 3(5):931–942, 1988.
- [6] HC TSAI et W FANG : Determining the Poisson's ratio of thin film materials using resonant method. *Sensors and Actuators A : Physical*, 103(3):377–383, 2003.
- [7] G BINNIG, CF QUATE et Ch GERBER : Atomic force microscope. *Physical review letters*, 56(9):930, 1986.
- [8] J DOMKE et M RADMACHER : Measuring the elastic properties of thin polymer films with the atomic force microscope. *Langmuir*, 14(12):3320–3325, 1998.
- [9] B CAPPELLA et G DIETLER : Force-distance curves by atomic force microscopy. *Surface Science Reports*, 34(1):1–104, 1999.
- [10] P MAIVALD, HJ BUTT, SAC GOULD, CB PRATER, B DRAKE, JA GURLEY, VB ELINGS et PK HANSMA : Using force modulation to image surface elasticities with the atomic force microscope. *Nanotechnology*, 2(2):103, 1991.
- [11] U RABE et W ARNOLD : Acoustic microscopy by atomic force microscopy. *Applied Physics Letters*, 64(12):1493–1495, 1994.
- [12] U RABE, V SCHERER, S HIRSEKORN et W ARNOLD : Nanomechanical surface characterization by atomic force acoustic microscopy. *Journal of Vacuum Science & Technology B : Microelectronics and Nanometer Structures*, 15(4):1506–1511, 1997.
- [13] U RABE, S AMELIO, E KESTER, V SCHERER, S HIRSEKORN et W ARNOLD : Quantitative determination of contact stiffness using atomic force acoustic microscopy. *Ultrasonics*, 38(1):430–437, 2000.
- [14] F MEGE, F VOLPI et M VERDIER : Mapping of elastic modulus at sub-micrometer scale with acoustic contact resonance AFM. *Microelectronic Engineering*, 87(3):416–420, 2010.
- [15] WC OLIVER et GM PHARR : Improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments. *Journal of materials research*, 7(6):1564–1583, 1992.

- [16] WC OLIVER et GM PHARR : Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation : Advances in understanding and refinements to methodology. *Journal of materials research*, 19(01):3–20, 2004.
- [17] X LI et B BHUSHAN : A review of nanoindentation continuous stiffness measurement technique and its applications. *Materials characterization*, 48(1):11–36, 2002.
- [18] F JOSE, R RAMASESHAN, AK BALAMURUGAN, S DASH, AK TYAGI et B RAJ : Continuous multi cycle nanoindentation studies on compositionally graded $Ti_{1-x}Al_xN$ multilayer thin films. *Materials Science and Engineering : A*, 528(21):6438–6444, 2011.
- [19] MJ BAMBER, KE COOKE, AB MANN et B DERBY : Accurate determination of Young's modulus and Poisson's ratio of thin films by a combination of acoustic microscopy and nanoindentation. *Thin Solid Films*, 398:299–305, 2001.
- [20] J LE ROUZIC : *Caractérisation mécanique des matériaux par microscope acoustique à pointe vibrante et nanoindentation*. Thèse de doctorat, Université de Franche-Comté, 2009.
- [21] B CRETIN et F STHAL : Scanning microdeformation microscopy. *Applied physics letters*, 62(8):829–831, 1993.
- [22] P VAIRAC et B CRETIN : Frequency shift of a resonating cantilever in ac force microscopy : towards a realistic model. *Applied Physics A*, 66(1):S227–S230, 1998.
- [23] R GARCIA et ET HERRUZO : The emergence of multifrequency force microscopy. *Nature nanotechnology*, 7(4):217–226, 2012.
- [24] P VAIRAC : *Microscopie acoustique à pointe vibrante : approche quantitative en mode de réflexion*. Thèse de doctorat, Université de Franche-Comté, 1996.
- [25] J LE ROUZIC, P VAIRAC, B CRETIN et P DELOBELLE : Sensitivity optimization of the scanning microdeformation microscope and application to mechanical characterization of soft materials. *Review of Scientific Instruments*, 79(3):033707–033707, 2008.
- [26] P VAIRAC et B CRETIN : Electromechanical resonator in scanning microdeformation microscopy : theory and experiment. *Surface and interface analysis*, 27(5-6):588–591, 1999.
- [27] P VAIRAC et B CRETIN : New structures for heterodyne interferometric probes using double-pass. *Optics communications*, 132(1):19–23, 1996.
- [28] B CRETIN et P VAIRAC : Optical detection for scanning microdeformation microscopy. *Applied physics letters*, 71(15):2082–2084, 1997.
- [29] B CRETIN et P VAIRAC : Measurement of cantilever vibrations with a new heterodyne laser probe : application to scanning microdeformation microscopy. *Applied Physics A : Materials Science & Processing*, 66:S235–S238, 1998.
- [30] KL JOHNSON : *Contact mechanics*. Cambridge university press, 1987.
- [31] R ARINÉRO, G LÉVÊQUE, P GIRARD et JY FERRANDIS : Image processing for resonance frequency mapping in atomic force modulation microscopy. *Review of scientific instruments*, 78(2):023703–023703, 2007.
- [32] GE FORSYTHE, MA MALCOLM et CB MOLER : *Computer methods for mathematical computations*. Prentice-Hall, 1976.
- [33] RP BRENT : *Algorithms for Minimization Without Derivatives*. Prentice-Hall Englewood Cliffs, New Jersey, 1973.

- [34] P VAIRAC et B CRETIN : Scanning microdeformation microscopy in reflection mode. *Applied physics letters*, 68(4):461–463, 1996.
- [35] J LE ROUZIC, P DELOBELLE, B CRETIN, P VAIRAC et F AMIOT : Simultaneous measurement of Young's modulus and Poisson's ratio at microscale with two-modes scanning microdeformation microscopy. *Materials Letters*, 68:370–373, 2012.
- [36] R BOUCENNA : *Microscopie par microdéformations dynamiques : Applications à l'investigation subsurfacique et à la caractérisation non linéaire*. Thèse de doctorat, Université de Franche-Comté, 2006.
- [37] WH PRESS, SA TEUKOLSKY, WT VETTERLING et BP FLANNERY : *Numerical recipes in C++*. Cambridge University Press, 2002.
- [38] J LE ROUZIC, P DELOBELLE, P VAIRAC et B CRETIN : Comparison of three different scales techniques for the dynamic mechanical characterization of two polymers (PDMS and SU8). *The European Physical Journal Applied Physics*, 48(01):11201, 2009.
- [39] MEMSCYCLOPEDIA.ORG : *SU-8 : Thick Photo-Resist for MEMS*. <http://memscyclopedia.org/su8.html>, 1999.
- [40] RJ COX, JD GELORME et SAR GUTIERREZ : Photoresist composition and printed circuit boards and packages made therewith, novembre 21 1989. US Patent 4,882,245.
- [41] CJ ROBIN, A VISHNOI et KN JONNALAGADDA : Mechanical Behavior and Anisotropy of Spin-Coated SU-8 Thin Films for MEMS. *Journal of Microelectromechanical Systems*, 23(1):168–180, 2014.
- [42] CM YAKACKI, R SHANDAS, C LANNING, B RECH, A ECKSTEIN et K GALL : Unconstrained recovery characterization of shape-memory polymer networks for cardiovascular applications. *Biomaterials*, 28(14):2255–2263, 2007.
- [43] V SRIVASTAVA, SA CHESTER et L ANAND : Thermally actuated shape-memory polymers : Experiments, theory, and numerical simulations. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 58(8):1100–1124, 2010.
- [44] D MONTARNAL, M CAPELOT, F TOURNILHAC et L LEIBLER : Silica-like malleable materials from permanent organic networks. *Science*, 334(6058):965–968, 2011.
- [45] M FRANÇON et S MALLICK : *Polarization Interferometers : Applications in Microscopy and Macroscopy*. Wiley-Interscience, 1971.
- [46] F AMIOT et JP ROGER : Nomarski imaging interferometry to measure the displacement field of micro-electro-mechanical systems. *Applied optics*, 45(30):7800–7810, 2006.
- [47] J BOUSSINESQ : *Application des potentiels à l'étude de l'équilibre et du mouvement des solides élastiques : principalement au calcul des déformations et des pressions que produisent, dans ces solides, des efforts quelconques exercés sur une petite partie de leur surface ou de leur intérieur : mémoire suivi de notes étendues sur divers points de physique, mathématique et d'analyse*. Gauthier-Villars, 1885.
- [48] D MALACARA et O HARRIS : Interferometric measurement of angles. *Applied Optics*, 9(7):1630–1633, 1970.
- [49] GD CHAPMAN : Interferometric angular measurement. *Applied optics*, 13(7):1646–1651, 1974.
- [50] P SHI et E STIJNS : New optical method for measuring small-angle rotations. *Applied optics*, 27(20):4342–4344, 1988.

- [51] CJ TAY, C QUAN, SH WANG et HM SHANG : Determination of a micromirror angular rotation using laser interferometric method. *Optics communications*, 195(1):71–77, 2001.
- [52] W GAO, PS HUANG, T YAMADA et S KIYONO : A compact and sensitive two-dimensional angle probe for flatness measurement of large silicon wafers. *Precision Engineering*, 26(4):396–404, 2002.
- [53] M XIAO, S JUJO, S TAKAHASHI et K TAKAMASU : Nanometer profile measurement of large aspheric optical surface by scanning deflectometry with rotatable devices : Uncertainty propagation analysis and experiments. *Precision Engineering*, 36(1):91–96, 2012.
- [54] Y SURREL, N FOURNIER, M GRÉDIAC et PA PARIS : Phase-stepped deflectometry applied to shape measurement of bent plates. *Experimental mechanics*, 39(1):66–70, 1999.
- [55] JR LEE, J MOLIMARD, A VAUTRIN et Y SURREL : Digital phase-shifting grating shea-rography for experimental analysis of fabric composites under tension. *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, 35(7):849–859, 2004.
- [56] T TRAVAILLOT, S DOHN, A BOISEN et F AMIOT : Imaging interferometry to measure surface rotation field. *Applied Optics*, 52(18):4360–4369, 2013.
- [57] G CHARTIER : *Manuel d'optique*. Hermes Science Publications, 1997.
- [58] A BOISEN, S DOHN, SS KELLER, S SCHMID et M TENJE : Cantilever-like micromechanical sensors. *Reports on Progress in Physics*, 74(3):036101, 2011.
- [59] A KHAN, J PHILIP et P HESS : Young's modulus of silicon nitride used in scanning force microscope cantilevers. *Journal of Applied Physics*, 95(4):1667–1672, 2004.
- [60] H LI et JJ VLASSAK : Determining the elastic modulus and hardness of an ultra-thin film on a substrate using nanoindentation. *Journal of Materials Research*, 24(03):1114–1126, 2009.
- [61] Vishay MICRO-MEASUREMENTS : *PhotoStrass ® Coatings Specifications*. [http ://www.vishaypg.com/docs/11222/pscoat.pdf](http://www.vishaypg.com/docs/11222/pscoat.pdf), 2010.
- [62] M BORN et E WOLF : *Principles of optics : electromagnetic theory of propagation, interference and diffraction of light*. Cambridge University Press, 1959.
- [63] A DUBOIS, J SELB, L VABRE et AC BOCCARA : Phase measurements with wide-aperture interferometers. *Applied Optics*, 39(14):2326–2331, 2000.

TABLE DES FIGURES

1.1	Image du capteur vibrant expérimental du SMM observé au microscope optique [24].	16
1.2	Schéma du résonateur du SMM.	16
1.3	Procédure de fabrication des microleviers [20].	17
1.4	Images des éléments du capteur vibrant expérimental.	18
	(a) Microlevier du SMM observé au microscope électronique à balayage.	18
	(b) Pointe du SMM observé au microscope optique.	18
1.5	Schéma complet du SMM.	19
1.6	Schéma du système de mesure de la déflexion du microlevier.	20
1.7	Exemple de courbe de la déflexion du microlevier en fonction de la hauteur de l'échantillon z . Mesures expérimentales : cercles rouges. Régressions linéaires : traits noirs.	20
1.8	Schéma de l'interféromètre hétérodyne pour la mesure des vibrations du microlevier [29].	21
1.9	Spectre en amplitude à la sortie de l'interféromètre hétérodyne.	23
1.10	Illustration du contact sphère/plan sous un effort normal.	24
1.11	Modélisation de la pointe du SMM en contact avec un échantillon.	26
1.12	Pointe du SMM en contact avec un échantillon.	27
1.13	Effort sur la pointe F_0 en fonction du module de Young de l'échantillon E_S et de la distance d'appui z , pour $r_T = 15 \mu m$, $\nu_S = 0,35$ et $K_C \approx 264 N.m^{-1}$	29
1.14	Rayon de contact a en fonction du module de Young de l'échantillon E_S et de la distance d'appui z , pour $r_T = 15 \mu m$, $\nu_S = 0,35$ et $K_C \approx 264 N.m^{-1}$	29
1.15	Modélisation du transducteur piézoélectrique bimorphe du SMM.	30
1.16	Modélisation complète du capteur vibrant du SMM.	30
1.17	Forme du microlevier du SMM.	31
1.18	Exemple d'investigation subsurfacique d'un fil de tungstène dans un bloc de duralumin [34].	34
	(a) Schéma d'un fil de tungstène dans un bloc de duralumin.	34
	(b) Image en fréquence d'un fil de tungstène dans un bloc de duralumin ($1000 \mu m \mu m$).	34
1.19	Exemple d'investigation subsurfacique d'un réseau de silicium enterré [34].	35

(a) Schéma d'un réseau de silicium enterré.	35
(b) Image en fréquence d'un réseau de silicium enterré ($1500 \mu m \mu m$). . .	35
1.20 Sensibilité normalisée $S_N = \frac{\partial f_{contact}}{\partial E_S} \cdot \frac{E_S}{f_{contact}}$ du premier mode de flexion du capteur (pour un microlevier de $400 \mu m$ de large et $150 \mu m$ d'épaisseur et une force d'appui $F_0 = 0,5 mN$) en fonction de la longueur du microlevier L_C pour différents modules de Young E_S [20].	37
1.21 Module de Young E_S d'un film mince de SU-8 en fonction du coefficient de Poisson ν_S mesuré pour les 2 premiers modes du SMM [20].	38
1.22 Schéma de l'algorithme d'identification des constantes élastiques à partir de 2 fréquences de résonance « en contact ».	40
1.23 Schéma de l'algorithme d'identification expérimentale des paramètres du résonateur à partir des fréquences de résonance « à vide ».	43
1.24 Schéma de l'algorithme du gradient conjugué pour l'identification expérimentale des paramètres du résonateur à partir des fréquences de résonance « à vide ».	44
1.25 Evolution du modèle du SMM.	46
(a) Première modélisation du capteur vibrant du SMM [22].	46
(b) Seconde modélisation du capteur vibrant du SMM [26]-[35].	46
(c) Nouvelle modélisation du capteur vibrant du SMM.	46
1.26 Déformées expérimentales du microlevier « à vide » à la liaison avec la céramique piézoélectrique.	47
(a) Mode 1.	47
(b) Mode 2.	47
(c) Mode 3.	47
(d) Mode 4.	47
1.27 Déformées expérimentales du microlevier « à vide » à l'extrémité libre. . . .	48
(a) Mode 1.	48
(b) Mode 2.	48
(c) Mode 3.	48
(d) Mode 4.	48
1.28 Echantillon entraîné par la pointe.	48
1.29 Modélisation de la pointe du SMM en contact avec un échantillon.	49
1.30 Modélisation du transducteur piézoélectrique bimorphe du SMM.	50
1.31 Modélisation complète du capteur vibrant du SMM.	50
1.32 Schéma de l'algorithme d'identification expérimentale des paramètres du résonateur à partir des fréquences de résonance « à vide ».	56

1.33 Schéma de l'algorithme du gradient conjugué pour l'identification expérimentale des paramètres du résonateur à partir des fréquences de résonance « à vide »	57
1.34 Spectre en amplitude mesuré « à vide » du résonateur expérimental, modes 1 à 6.	58
1.35 Exemples de spectres « à vide » mesurés (croix) et extraits (traits).	59
(a) Mode 1.	59
(b) Mode 2.	59
(c) Mode 3.	59
(d) Mode 4.	59
1.36 Schéma de l'algorithme d'identification des constantes élastiques à partir des fréquences de résonance « en contact »	65
1.37 Schéma de l'algorithme du gradient conjugué pour l'identification des constantes élastiques à partir des fréquences de résonance « en contact » .	66
1.38 Spectres en amplitude mesurés « à vide » et « en contact » avec le SU-8 pour $z = 1 \mu m$, modes 1 à 4.	68
1.39 Spectres sur SU-8 mesurés (croix) et extraits (trait) pour z_{A1}	69
(a) Mode 1.	69
(b) Mode 2.	69
(c) Mode 3.	69
(d) Mode 4.	69
1.40 Schéma de l'algorithme d'identification des constantes élastiques à partir des fréquences de résonance « en contact » dans le cas du SU-8.	76
1.41 Schéma de l'algorithme du gradient conjugué pour l'identification des constantes élastiques à partir des fréquences de résonance « en contact » dans le cas du SU-8.	77
1.42 Cartes de résidus $\eta_{contact1_i}^2(f_{contact_i}, X_i(E_{S_i}^*), Z_i)$ pour le SU-8.	78
(a) $\eta_{contact1_A}^2(f_{contact_A}, X_A(E_{S_A}^*), Z_A)$	78
(b) $\eta_{contact1_B}^2(f_{contact_B}, X_B(E_{S_B}^*), Z_B)$	78
1.43 Module d'indentation en fonction de l'enfoncement pour le SU-8. Comparaison des résultats obtenus par différentes méthodes en nanoindentation.	81
1.44 Courbes de chargement en fonction du temps en ultra-nanoindentation (méthode CMC) pour 2 indents (traits bleus et rouges).	82
(a) Sans temps de maintien.	82
(b) Avec 180 s de maintien.	82
1.45 Courbes de chargement en fonction de l'enfoncement en ultra-nanoindentation (méthode CMC) pour 2 indents (cercles bleus et carrés rouges).	82

(a) Sans temps de maintien.	82
(b) Avec 180 s de maintien.	82
1.46 Module de Young en fonction du coefficient de Poisson pour le SU-8. Comparaison des résultats obtenus en nanoindentation et par différentes méthodes en SMM.	83
1.47 Spectres sur le tBA/PEGDMA, z_1 , mesuré (croix) et théorique (trait).	85
1.48 Schéma de l'algorithme d'identification des constantes élastiques à partir des fréquences de résonance « en contact » dans le cas du tBA/PEGDMA.	90
1.49 Schéma de l'algorithme du gradient conjugué pour l'identification des constantes élastiques à partir des fréquences de résonance « en contact » dans le cas du tBA/PEGDMA.	91
1.50 Cartes de résidus $\eta_{contact_2}^2(f_{contact}, X(E_S^*(E_0^*, E_f^*, E_z^*)))$ pour le tBA/PEGDMA.	92
(a) $\eta_{contact_2}^2(f_{contact}, X(E_S^*(E_0^*, E_f^*, E_z^* = 1, 10.10^{16} Pa.m^{-1})))$	92
(b) $\eta_{contact_2}^2(f_{contact}, X(E_S^*(E_0^*, E_f^* = 2, 22.10^{-16} Pa.Hz^{-1}, E_z^*)))$	92
(c) $\eta_{contact_2}^2(f_{contact}, X(E_S^*(E_0^* = 2, 22.10^{-16} Pa, E_f^*, E_z^*)))$	92
1.51 Chargement P en fonction de l'enfoncement h pour le tBA/PEGDMA en nanoindentation avec la méthode CMC sans temps de maintien.	96
1.52 Chargement P en fonction de l'enfoncement h pour le tBA/PEGDMA en nanoindentation avec la méthode CMC avec un temps de maintien de 180 s.	96
1.53 Module de Young E_S en fonction de l'enfoncement h ou de la distance d'appui z pour le tBA/PEGDMA. Comparaison des résultats obtenus par différentes méthodes de caractérisation.	97
1.54 Module de Young E_S en fonction de la pression P_0 pour le tBA/PEGDMA et le SU-8. Comparaison des résultats obtenus par différentes méthodes de caractérisation.	98
1.55 Module de Young en fonction de la fréquence d'excitation pour le tBA/PEGDMA. Comparaison des résultats obtenus par différentes méthodes de caractérisation.	99
1.56 Spectres en amplitude : « à vide », « en contact » sur le SU-8 et « en contact » sur le tBA/PEGDMA.	100
1.57 Spectres en phase : « à vide », « en contact » sur le SU-8 et « en contact » sur le tBA/PEGDMA.	100
1.58 Module de stockage E_S' d'un vitrimère à réseau « souple » en fonction de la fréquence d'excitation par différentes méthodes.	102
1.59 Module de perte E_S'' d'un vitrimère à réseau « souple » en fonction de la fréquence d'excitation par différentes méthodes.	102
1.60 Tangente de l'angle de perte $\tan(\delta) = \frac{E_S''}{E_S'}$ d'un vitrimère à réseau « souple » en fonction de la fréquence d'excitation par différentes méthodes.	103
2.1 Schéma du système d'imagerie interférométrique.	111

2.2	Schéma de la disposition utilisée pour figer un gradient de contraintes dans l'éprouvette.	113
2.3	Photographie d'une éprouvette entre 2 polariseurs croisés, éclairée par une lampe au sodium ($\lambda_{Na} = 589 \text{ nm}$).	113
2.4	Tracé des rayons dans le prisme.	114
2.5	Tracé des rayons à travers l'objectif pour les deux rayons émergents de la Fig. 2.4.	117
2.6	Illustration du décalage d entre les images superposées TE et TM.	119
(a)	Schéma de l'objet.	119
(b)	Schéma de l'objet avec les images TE (ligne en pointillés) et TM (ligne continue) superposées.	119
(c)	Image réelle de l'objet au microscope avec les images TE et TM superposées. Objectif : $f_o = 20 \text{ mm}$. Prisme : $c_{TE} = 0,139 \text{ m}^{-1}$ (mesurée) et $e = 3 \text{ mm}$	119
2.7	Tracé des rayons pour un échantillon incliné, avec une marche.	120
2.8	Interférogrammes d'un échantillon.	123
(a)	Interférogrammes pour $Y = 183 \text{ } \mu\text{m}$ et $\delta\gamma$ de -5° à 5°	123
(b)	Interférogrammes pour $Y = \{62,7; 183; 303\} \text{ } \mu\text{m}$ et $\delta\gamma$ de -2° à 3°	123
2.9	Répartition du résidu \mathcal{R}_3^2 sur les 2 lignes où le recalage est effectué. Cercles : ligne supérieure. Carrés : ligne inférieure.	124
2.10	Rapport efficace r_{RMS} entre les phases due au déplacement et due au champ de rotation dans la direction Y en fonction de la longueur d'onde spatiale δ	126
2.11	Carte de phase obtenue en chargeant un poutre son extrémité libre.	128
(a)	Expérimentale.	128
(b)	Théorique.	128
2.12	Différence entre les phases expérimentale $\phi_{\text{poutre}_{\text{exp}}}$ et théorique $\phi_{\text{poutre}_{\text{th}}}$	130
2.13	Phase (dépliée) suivant l'axe Y_P pour la poutre. Croix : phase expérimentale. Ligne : phase théorique.	131
2.14	Déplacement et rotation mesurés d'une poutre encastree-libre chargée à son extrémité libre.	131
(a)	Déplacement w mesuré, en fonction de Y_P	131
(b)	Différence de marche ΔZ mesurée, en fonction de Y_P	131
(c)	Rotation, autour de Y_P , γ_{TE} mesurée, en fonction de Y_P	131
2.15	Carte de phase obtenue en chargeant un échantillon de PDMS avec une micro-pointe.	132
(a)	Expérimentale.	132
(b)	Théorique.	132

2.16	Différence entre les phases expérimentale $\phi_{\text{pointe}_{\text{exp}}}$ et théorique $\phi_{\text{pointe}_{\text{th}}}$	134
2.17	Phase suivant l'axe Y_T pour l'échantillon de PDMS. Cercles : phase expérimentale loin de la pointe. Croix : phase expérimentale près de la pointe. Lignes : phases théoriques loin et près de la pointe.	135
2.18	Déplacement et rotation mesurés d'un échantillon de PDMS chargé par une pointe. Traits continus : loin de la pointe. Traits pointillés : près de la pointe.	135
(a)	Déplacement w recalé, en fonction de Y_T	135
(b)	Différence de marche ΔZ recalée, en fonction de Y_T	135
(c)	Rotation, autour de Y_T , γ_{TE} recalée, en fonction de Y_T	135
2.19	Carte de phase obtenue en appuyant une micro-pointe sur un échantillon de SU-8.	136
2.20	Phase suivant l'axe Y_T pour l'échantillon de SU-8. Cercles : phase expérimentale loin de la pointe. Croix : phase expérimentale près de la pointe. Lignes : phases théoriques loin et près de la pointe.	137
2.21	Phase suivant l'axe Y_T pour l'échantillon de SU-8. Mise en évidence du délaminage de la couche d'or.	138
B.1	Schéma de l'algorithme d'extraction des fréquences de résonance.	151
B.2	Exemple d'un mode libre mesuré $A_{\text{exp}}(f_{\text{exp}})$ (croix) et extrait $A_{\text{extract}}(f_{\text{exp}})$ (trait).	152
C.1	Principe de la nanoindentation.	153
(a)	Courbe force-déplacement d'un cycle de chargement-déchargement.	153
(b)	Schéma en coupe de la nanoindentation permettant de définir les différentes grandeurs nécessaires à l'estimation du module réduit et de la dureté.	153
C.2	Principe des méthode CMC et CSM.	155
(a)	Courbe force-déplacement dans le cas de la méthode de chargement progressif multi-cycle (CMC) pour un matériau purement élastique.	155
(b)	Courbe force-déplacement dans le cas de la méthode Continuous Stiffness Measurement (CSM).	155
D.1	Description géométrique de l'éprouvette.	157
E.1	Illustration de l'interfrange i sur la photographie d'un prisme réel entre 2 polariseurs croisés.	159
E.2	Tracé des rayons dans le prisme pour la mesure du gradient d'indice c_{TE}	160
F.1	Tracé des rayons montrant la lumière collectée en fonction de l'inclinaison de l'échantillon.	164
F.2	Lumière collectée dans le plan de la pupille.	164

LISTE DES TABLES

1.1	Dimensions du microlevier et de la pointe utilisés.	18
1.2	Modules réduits mesurés avec le SMM [22].	36
1.3	Fréquences libres et résidus obtenus par la procédure de calibration.	45
1.4	Paramètres obtenus par la procédure de calibration.	45
1.5	Résultat de l'extraction des fréquences de résonance « à vide ».	59
1.6	Résidu et écart relatif en fréquence obtenus par la procédure de calibration.	61
1.7	Fréquences libres obtenues par la procédure de calibration.	61
1.8	Paramètres obtenus par la procédure de calibration.	61
1.9	Modes « en contact » sur le SU-8.	68
1.10	Modes extraits « en contact » sur le SU-8.	69
1.11	Résidus et écarts relatifs en fréquence de l'identification « en contact » sur le SU-8.	79
1.12	Fréquences recalées « en contact » sur le SU-8.	79
1.13	Paramètres identifiés pour le SU-8.	80
1.14	Propriétés mécaniques élastiques du SU-8.	80
1.15	Différents paramètres issus de l'identification pour le SU-8.	80
1.16	Comparaison des propriétés mécaniques élastiques du SU-8 par différentes méthodes.	83
1.17	Modes « en contact » sur le tBA/PEGDMA.	84
1.18	Modes extraits « en contact » sur le tBA/PEGDMA.	85
1.19	Résidus et écarts relatifs en fréquence de l'identification « en contact » sur le tBA/PEGDMA.	93
1.20	Fréquences recalées « en contact » sur le tBA/PEGDMA.	93
1.21	Paramètres identifiés pour le tBA/PEGDMA.	94
1.22	Propriétés mécaniques élastiques du tBA/PEGDMA.	94
1.23	Différents paramètres issus de l'identification pour le tBA/PEGDMA.	95
1.24	Modes extraits « en contact » sur le vitrimère à réseau « souple ».	103
1.25	Résidus et écarts relatifs en fréquence de l'identification « en contact » sur le vitrimère à réseau « souple ».	104
1.26	Fréquences recalées « en contact » sur le vitrimère à réseau « souple ».	104

1.27 Paramètres identifiés pour le vitrimère à réseau « souple ».	104
1.28 Propriétés mécaniques élastiques du vitrimère à réseau « souple ».	105
1.29 Différents paramètres issus de l'identification pour le vitrimère à réseau « souple ».	105
2.1 Paramètres nominaux et mesurés.	124
2.2 Paramètres globaux recalés.	124
2.3 Paramètres locaux recalés.	124
D.1 Dimensions imposées des éprouvettes.	158
D.2 Dimensions et efforts calculées des éprouvettes.	158
E.1 Valeurs du gradient d'indice pour les différents prismes.	161

Caractérisation mécanique des matériaux élastiques à l'échelle locale par microscopie acoustique à pointe vibrante : Approche multimodale et mesure de champs.

Résumé :

Ces travaux de thèse proposent une amélioration du Scanning Microdeformation Microscope (SMM), un microscope à sonde locale, pour la caractérisation mécanique élastique des matériaux à l'échelle locale. Il est montré qu'en utilisant $n > 2$ modes de résonance du SMM, il est possible de découpler les mesures du module de Young et du coefficient de Poisson d'un matériau isotrope.

Une étude des modes du résonateur a permis d'enrichir son modèle afin qu'il puisse modéliser $n > 2$ modes. Des procédures ont été développées pour identifier les paramètres de ce modèle et les constantes élastiques des matériaux à partir de $n > 2$ fréquences de résonance. Enfin, ces procédures ont été appliquées à des exemples de caractérisation à l'échelle locale afin de valider la méthode et d'en exhiber les possibilités et les limites.

Pour gagner en robustesse et se diriger vers la caractérisation des matériaux anisotropes, un système d'imagerie interférométrique en lumière polarisée, permettant la mesure du champ de rotation de surfaces réfléchissantes dans une direction particulière, a été développé pour être intégré au SMM. Son prisme biréfringent à gradient uniaxial d'indice lui confère sa sensibilité à la rotation. Ce système est capable de mesurer un champ de rotation localisé comme c'est le cas au voisinage de la pointe du SMM. Il a aussi montré son intérêt dans les cas où l'effet d'échelle rend particulièrement intéressante la mesure de la rotation.

Mots-clés : Microscopie à sonde locale, SMM (Scanning Microdeformation Microscope), Caractérisation mécanique, Imagerie interférométrique

Abstract:

This work proposes an improvement of the Scanning Microdeformation Microscope (SMM), a scanning probe microscope, for the mechanical elastic characterization of materials at local scale. It demonstrates that using $n > 2$ SMM resonance frequencies allows to decouple Young's modulus and Poisson's ratio values for an isotropic material.

The mechanical description of the resonator has been enriched in order to allow for an accurate modeling over a wide frequency range. Procedures have been developed to identify the modelling parameters and the elastic constants of the materials from $n > 2$ resonant frequencies. Finally, these procedures have been applied to the characterization of various materials at local scale in order to validate the method and to present possibilities and limits.

To improve robustness and move towards the characterization of anisotropic materials, a polarized-light imaging interferometer was developed to measure the rotation field of reflecting surfaces in a particular direction. The sensitivity to the rotation originates from a homemade birefringent prism with uniaxial gradient of refractive index. This system is able to measure a localized rotation field as it is induced in the vicinity of the tip of the SMM. Its interest is also demonstrated in cases in which scale effects make the rotation measurement preferable to the out-of-plane displacement measurement.

Keywords: Scanning probe microscopy, SMM (Scanning Microdeformation Microscope), Mechanical characterization, Interferometric imaging

